



SKRIPSI

**ISOLASI DUA SENYAWA SANTON DARI
EKSTRAK METILENA KLORIDA KULIT BATANG
Garcinia tetrandra Pierre**

**ASTRIED WAHYU WULANDARI
NRP 1413 100 033**

**Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



SCRIPT

**ISOLATION OF TWO XANTHONES FROM
DICHLOROMETHANE STEM BARK EKTRACT OF
Garcinia tetrandra Pierre**

**ASTRIED WAHYU WULANDARI
NRP 1413 100 033**

**Advisor Lecture
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

**ISOLASI DUA SENYAWA SANTON DARI
EKSTRAK METILENA KLORIDA KULIT
BATANG *Garcinia tetrandra* Pierre**

SKRIPSI

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana pada Program Studi S-1
Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Disusun Oleh:

ASTRIED WAHYU WULANDARI
NRP 1413 100 033

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

ISOLASI DUA SENYAWA SANTON DARI EKSTRAK METILENA KLORIDA KULIT BATANG *Garcinia* *tetrandra* Pierre

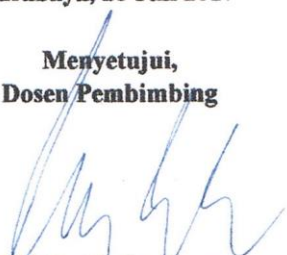
SKRIPSI

Disusun oleh:


ASTRIED WAHYU WULANDARI
NRP 1413 100 033

Surabaya, 28 Juli 2017

Menyetujui,
Dosen Pembimbing


Prof. Dr. Taslim Ersam
NIP 19520816 197903 1 004

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia


Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP 19710616 199703 1 002

*Karya ini ku persembahkan untuk kedua orang tua ku
Dan seluruh pihak yang telah membantu proses penyelesaian Tugas Akhir
ini.*

**ISOLASI DUA SENYAWA SANTON DARI EKSTRAK
METILENA KLORIDA KULIT BATANG *Garcinia*
tetrandra Pierre**

Nama : Astried Wahyu Wulandari
NRP : 1413100033
Jurusan : Kimia
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Taslim Ersam

ABSTRAK

Famili Clusiaceae adalah sumber senyawa fenolat seperti santon, benzofenon, flavonoid, depsidon dan antron. Dua senyawa santon rubrasanton (1) dan α -mangostin (2) telah berhasil dipisahkan dari ekstrak metilena klorida kulit batang *Garcinia tetrandra* Pierre (wadung) yang diperoleh dari koleksi Taman Nasional Meru Betiri, Jember, Jawa Timur. Isolasi dilakukan dengan tahapan maserasi, fraksinasi dan pemurnian menggunakan kromatografi cair vakum, kromatografi kolom gravitasi dan kromatografi sistem radial atau kromatotron. Penentuan struktur senyawa tersebut berdasarkan hasil analisis spektroskopi IR, UV, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$.

Kata Kunci: *Garcinia tetrandra* Pierre, santon

**ISOLATION OF TWO XANTHONES FROM
DICHLOROMETHANE STEM BARK EKTRACT OF
Garcinia tetrandra Pierre**

Name : Astried Wahyu Wulandari
NRP : 1413100033
Department : Chemistry
Advisor Lecturer : Prof. Dr. Taslim Ersam

ABSTRACT

The Clusiaceae family has been known as resource of fenolic compounds such as xanthon, benzophenone, flavonoid, depsidone and anthrone. Two xanthone compounds, rubraxanthone (1) and α -mangostin (2) were isolated from the dichloromethane extract of stem bark of *Garcinia tertandra* Pierre (wadung) collected from Taman Nasional Meru Betiri, Jember, East Java. The isolation method by maceration, fractionation and purification using vacum liquid chromatography, column chromatography and radial chomatography or chromatotron. The structure were established on the basis of stectrotoscopic analysis IR, UV, $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$.

Keywords: *Garcinia tetrandra* Pierre, xanthone

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Tugas Akhir berjudul **“ISOLASI DUA SENYAWA SANTON DARI EKSTRAK METILENA KLORIDA KULIT BATANG *Garcinia tetrandra* Pierre”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Taslim Ersam selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Kolokium ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Ir. Endang Purwanti Setya Ningsih, MT selaku dosen wali saya yang telah memberikan semangat dan masukan selama ini.
4. Kedua orang tua yang selalu memberikan semangat, dukungan dan doa untuk saya.
5. Sahabat-sahabatku yang selalu memberikan dukungan moril untuk saya serta semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Semoga tugas akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 12 Juni 2017

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	vi
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
BAB I	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Pemasalahan	4
1.3. Hipotesa.....	4
1.4. Tujuan Penelitian	4
BAB II	5
TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan spesies <i>Garcinia tetrandra</i> Pierre	5
2.2 Tinjauan senyawa santon	6
2.3 Metode Pemisahan dan Pemurnian Senyawa	9
2.3.1 Ekstraksi	9
2.3.2 Kromatografi	11
2.3.3 Kristalisasi	12
2.4 Uji Titik Leleh	13

2.5 Tinjauan spektroskopi senyawa santan.....	13
BAB III	17
METODE PENELITIAN	17
3.1 Peralatan dan Bahan.....	17
3.1.1. Peralatan	17
3.1.2. Bahan	17
3.2. Prosedur penelitian.....	18
3.2.1. Uji Pendahuluan.....	18
3.2.2. Pemisahan dan Pemurnian Senyawa	18
3.2.3. Penentuan Struktur Senyawa	20
BAB IV	23
HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1. Preparasi Sampel	23
4.2 Pemisahan dan Pemurnian Senyawa	24
4.2.1 Ekstraksi senyawa	24
4.2.2 Pemisahan dan Pemurnian	24
4.2.3. Uji Kemurnian Senyawa	28
4.2. Identifikasi Struktur	29
4.2.1. Identifikasi struktur senyawa 1	29
4.2.2. Identifikasi struktur senyawa 2	37
BAB V	47
KESIMPULAN DAN SARAN.....	47
5.1. Kesimpulan.....	47

5.2. Saran	47
DAFTAR PUSTAKA.....	49
LAMPIRAN.....	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1	Jalur biogenesis senyawa santon dari <i>Garcinia tetrandra</i> 3
Gambar 2. 1	Kerangka dasar santon 7
Gambar 4. 1	Kromatogram uji pendahuluan dengan eluen pelarut tunggal a. N-heksana, b. Metilena klorida, c. Etil asetat dan d. metanol..... 23
Gambar 4. 2	Hasil Kromatogram KCV (A) Fraksi A1-A45; (B) Fraksi B1-B45 dan (C) Fraksi C1-C45 25
Gambar 4. 3	Hasil kromatogram endapan fraksi C29-34 dengan eluen etil asetat : n-heksana 40% 26
Gambar 4. 4	Hasil kromatogram fraksi gabungan dari KCV pertama dengan eluen etil asetat : n-heksana 20% 26
Gambar 4. 5	Hasil kromatogram fraksi gabungan E5/1 – E5/8 dengan eluen etil asetat : n-heksana (15%) 27
Gambar 4. 6	Hasil kromatogram perbandingan senyawa 1 dengan 2 (A) eluen metilena klorida 100% dan (B) eluen etil asetat : n-heksana 15% 28
Gambar 4. 7	Uji tiga eluen senyawa 1 dengan eluen a. Etil asetat: n-heksan (20%), b. Etil asetat: metilena klorida (20%) dan c. Aseton : metilena klorida (10%) 28
Gambar 4. 8	Uji tiga eluen senyawa 2 dengan eluen a. Metilena klorida: n-heksan (80%), b. Etil asetat: n-heksan (50%) dan c. Etil asetat : metilena klorida (50%) 29
Gambar 4. 9	Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah penambahan NaOH..... 30

Gambar 4. 10	Spektrum UV senyawa 1 setelah ditambahkan reaksi geser AlCl_3 dan HCl	31
Gambar 4. 11	Hipotesa I untuk senyawa 1 berdasarkan data spektrum UV	31
Gambar 4. 12	Spektrum IR senyawa 1	32
Gambar 4. 13	Hipotesa ke-II untuk senyawa 1 berdasarkan data analisis dari UV dan IR	33
Gambar 4. 14	Aktualisasi spektrum ^1H -NMR senyawa 1.....	34
Gambar 4. 15	Aktualisasi spektrum ^{13}C -NMR senyawa 1....	35
Gambar 4. 16	Spektrum UV senyawa 2 dengan pelarut metanol dan penambahan NaOH	37
Gambar 4. 17	Spektrum UV senyawa 2 dengan pelarut metanol dan penambahan reaksi geser AlCl_3 dan HCl . ..	38
Gambar 4. 18	Sepktrum IR senyawa 2 dengan pelarut KBr . ..	39
Gambar 4. 19	Hipotesa I senyawa 2 dari hasil analisa spektrum UV dan IR	40
Gambar 4. 20	Aktualisasi spektrum ^1H -NMR senyawa 2.....	41
Gambar 4. 21	Aktualisasi spektrum ^{13}C -NMR senyawa 2....	43
Gambar 4. 22	Saran jalur biogenesis baru <i>Garcinia tetrandra</i>	44

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Perbandingan data H-NMR dan C-NMR senyawa 1 dengan rubrasanton dalam pelarut aseton, 400 MHz.	36
Tabel 4.2	Perbandingan data spektrum ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR dari senyawa 2 dengan α -mangostin dalam pelarut CD ₃ OD.....	42

BAB I

PENDAHULUAN

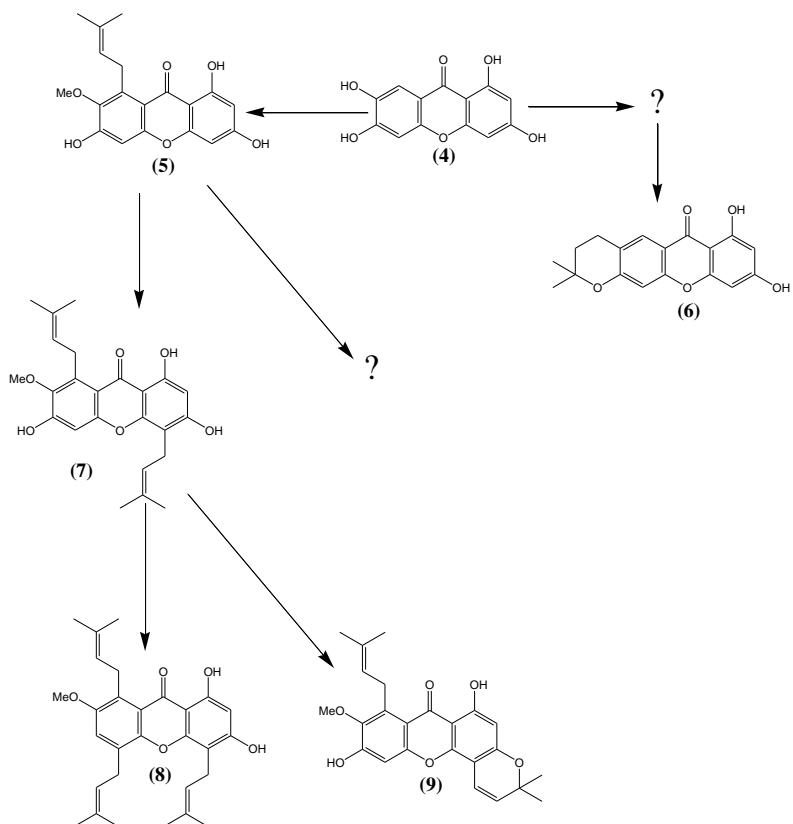
1.1.Latar Belakang

Hutan tropika Indonesia memiliki beranekaragam spesies tumbuhan yang berlimpah dan termasuk dalam satu dari tujuh negara *megabioiversity* bersama Australia, Brazilia, Kolombia, Madagaskar, Meksiko dan Zaire. Diperkirakan terdapat 250.000 jenis tumbuhan tingkat tinggi di dunia dan 30.000 spesies diantaranya terdapat di Indonesia (Ersam, 2001). Tumbuh tingkat tinggi tersebut merupakan sumber dari metabolit primer dan sekunder. Metabolit primer merupakan produk essensial, yang juga terdapat pada semua makhluk hidup untuk pertumbuhan dan perkembangbiakannya, seperti karbohidrat, protein, lemak dan asam nukleat. Metabolit sekunder merupakan produk khas yang ditemukan pada tumbuhan tertentu yang berguna untuk mempertahankan diri dari lingkungan sekitar (Sumaryono, 1999).

Tumbuhan tingkat tinggi berdasarkan taksonominya dapat diklasifikasikan menjadi beberapa famili, salah satu diantaranya adalah famili Clusiaceae yang merupakan salah satu famili dengan 40 genus dan 1200 spesies. Beberapa genus di antaranya seperti *Calophyllum*, *Garcinia*, *Cratoxy*, *Mesua* dan *Mammea* berada di hutan tropis Indonesia (Heyne, 1987). Pada penyelidikan fitokimia sebelumnya genus - genus ini mengandung santon sebagai penanda dari kemotaksonomi, flavonoid, phloroglucinols dan triterpenoid (Rukachaisirkul, 2006). Genus *Garcinia* banyak dilaporkan sebagai tumbuhan sumber utama senyawa – senyawa santon baik santon sederhana, teoksigenasi, terprenilasi maupun tersiklisasi. Selain itu, genus *Garcinia* memiliki banyak manfaat diantaranya sebagai pohon peneduh, pencegah erosi, tanaman hias, kayunya sebagai

bahan bangunan dan sebagian buahnya dapat dikonsumsi. Selain itu, tumbuhan dari genus ini telah banyak digunakan untuk obat – obatan tradisional (Peres,1997).

Salah satu spesies *Garcinia* yang merupakan tumbuhan endemik Indonesia adalah *Garcinia tetrandra*. Pada penelitian ini *Garcinia tetrandra* yang digunakan berasal dari Taman Nasional Meru Betiri, Jember-Jawa Timur. Masyarakat sekitar lebih mengenal tanaman ini dengan nama “wadung”. Kelompok penelitian Kimia Bahan Alam dan Sintesis Jurusan Kimia FMIPA ITS telah melakukan penelitian terhadap genus ini mulai pada tahun 2005 dan telah berhasil mengisolasi beberapa senyawa santon dari berbagai bagian seperti kulit akar (Astuti,2005; Meilani,2006; Rizani,2006; Anistin,2012), kulit batang (Trisnawati,2012; Yuli,2005; Wijayanto,2006), kayu akar (Riyanto,2006) serta kayu batang (Purwaningsih,2006; Erawati,2006). Beberapa senyawa santon yang telah dilaporkan dari genus *Garcinia tetrandra* antara lain : 1,3,6,7-tetrahidroksi santon (4), 1,3,4,5,8-pentahidroksi santon (5), Dulsanton D (5), 1,3,6-trihidroksi-6,7-kromanosanton (6), 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-4,8-diprenil santon (7), 1,6-dihidroksi-7-metoksi-8-isopropil-3,4-kromanosanton (9) dan 1,3-dihidroksi-7-metoksi-4,3,6-triprenil santon (8). Dari senyawa – senyawa santon yang telah dilaporkan tersebut maka dapat dibuat jalur biogenesis senyawa santon dari *Garcinia tetrandra* pada Gambar 1.1, sehingga masih terdapat kemungkinan ditemukan senyawa – senyawa antara ataupun senyawa lanjutan yang belum didapatkan. Sebab, senyawa metabolit sekunder antar spesies yang lain atau dengan spesies yang sama dapat memproduksi senyawa – senyawa yang sama atau berbeda. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut pada bagian – bagian tumbuhan *Garcinia tetrandra* terutama pada kulit batang.



Gambar 1. 1 Jalur biogenesis senyawa santon dari *Garcinia tetrandra*

1.2. Pemasalahan

Permasalahan pada penelitian ini adalah berdasarkan peta pembentukan turunan senyawa santon dalam peta biogenesis santon dari *Garcinia tetrandra* terdapat tahapan kosong yang belum diketahui jenis senyawanya.

1.3. Hipotesa

Hipotesa yang digunakan dalam penelitian ini adalah masih dapat ditemukannya senyawa-senyawa santon lain dari *Garcinia tetrandra*.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memperoleh senyawa - senyawa santon lain pada tumbuhan *Garcinia tetrandra*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan spesies *Garcinia tetrandra* Pierre

Garcinia tetrandra adalah tumbuhan hutan tropis yang tersebar hampir diseluruh Indonesia, mulai dari Jawa, Sulawesi, Maluku dan NTT. Di Jawa Timur tumbuhan ini dilestarikan di Kebun Raya Purwodadi, Pasuruan dan di kawasan pelestarian alam Taman Nasional Meru Betiri, Jember. Spesies yang termasuk kedalam genus *Garcinia* ini dapat hidup pada ketinggian 1200 meter di atas permukaan laut, memiliki ciri – ciri fisik dengan tinggi sekitar 18 meter dengan diameter batang sekitar 30 sentimeter. Daun pada tumbuhan ini berbentuk lonjong serta buahnya berwarna orange kemerahan, bunga berwarna merah dan memiliki empat benang sari. Masyarakat setempat mengenal *Garcinia tetrandra* ini dengan sebutan “Wadung” dan berikut adalah klasifikasi berdasarkan taksonomi untuk tanaman tersebut

Kingdom	: Plantae
Divisio	: Spermathophyta
Subdivisio	: Angiosperme
Kelas	: Dycotyledoneae
Subkelas	: Archichlamydaea
Ordo	: Parietales
Famili	: Clusiaceae
Genus	: <i>Garcinia</i>
Spesies	: <i>Garcinia tetrandra</i> Pierre (Heyne, 1987)

Senyawa **4, 5, 6, 7, dan 8** merupakan contoh senyawa – senyawa turunan santon yang didapatkan dari *Garcinia tetrandra* Pierre oleh kelompok penelitian kimia tumbuhan ITS. Berdasarkan senyawa –senyawa turunan santon tersebut, menunjukkan adanya pola teratur dari senyawa santon teroksigenasi, terprenilasi, tergranilasi, kromanosanton dan santon termodifikasi dari kayu batang, kayu akar, kulit batang dan kulit akar.

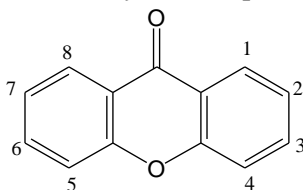
2.2 Tinjauan senyawa santon

Tumbuhan pada dasarnya menghasilkan senyawa dari metabolisme primer seperti karbohidrat, protein dan lipid untuk pertumbuhan dan perkembangan tumbuhan tersebut. Hasil dari metabolisme primer yang berlebih tersebut akan dikonversi menjadi metabolisme sekunder dengan proses biosintesis menggunakan enzim. Produk ini akan digunakan tumbuhan untuk pertahanan diri terhadap lingkungan sekitar maupun dari pemangsa. Senyawa yang dihasilkan akan memiliki struktur yang khas dan aktivitas biologis yang baik sebagai antibakteri, antioksidan, bahkan antikanker.

Salah satu senyawa dari metabolisme sekunder yang banyak diteliti adalah fenolat. Senyawa ini memiliki ciri – ciri khusus yaitu terdapat cincin aromatis dengan gugus hidroksi yang terikat. Senyawa ini diperoleh dari metabolit primer glukosa yang mengalami proses biosintesis dengan bantuan enzim melalui jalur sikimat dan jalur asetat. Turunan senyawa yang dihasilkan antara lain kumarain, tanin, flavon, benzofenon dan santon (Harbone, 1987).

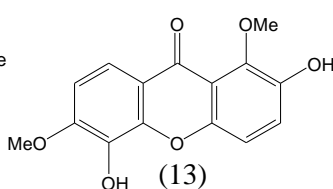
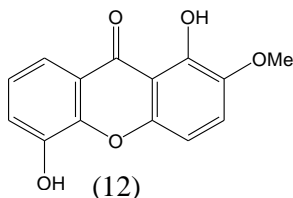
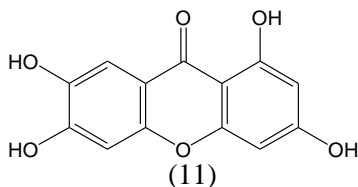
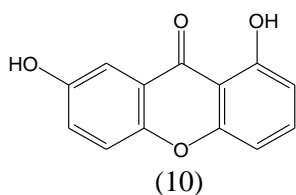
Santon adalah senyawa yang banyak ditemukan dalam genus *Garcinia* dari famili clusiaceae. Senyawa ini terbentuk dari jalur asetat berupa C 1-4 dan jalur sikimat berupa C 5-8

(lihat Gambar 2.1). senyawa yang termasuk dalam golongan heterosiklik yang teroksigenisasi ini memiliki berbagai macam bentuk dan letak perbedaannya adalah pensubstitusinya.

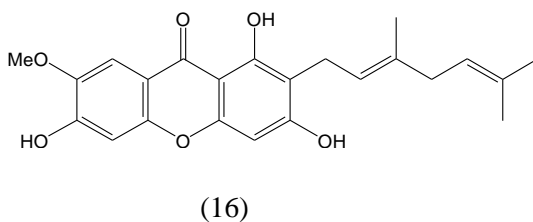
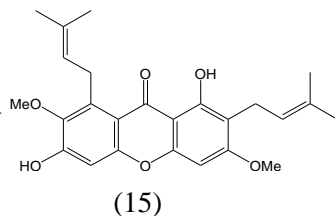
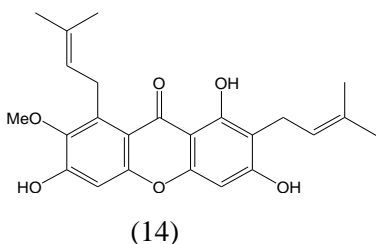


Gambar 2. 1 Kerangka dasar santon

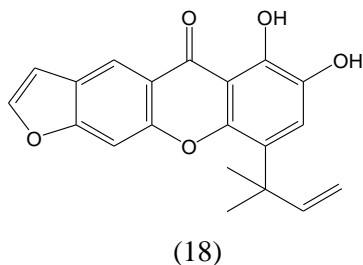
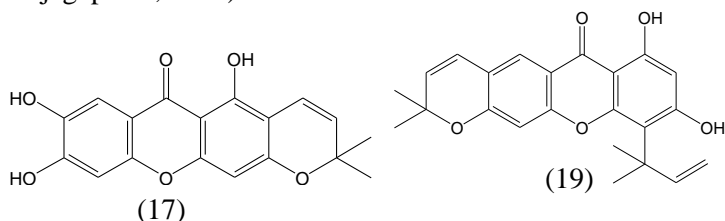
Santon teroksigenisasi merupakan golongan santon dimana atom hidrogen yang terikat pada inti tersubstitusi oleh gugus hidroksi (-OH) atau gugus metoksi (-OMe). Beberapa santon jenis ini telah dilaporkan antara lain 1,7-dihidroksisanton (**10**) dari kulit batang *G. assigu* (Ito dkk., 1997), 1,3,6,7-tetrahidroksisanton (**11**) dari kulit dan kayu *G. echinocarpa* (Bandaranayake dkk., 1975), 1,5-dihidroksi-2-metoksisanton (**12**) dari batang *G. eugeniifolia* (Nor dkk., 2012), 2,5-dihidroksi-1,6-dimetoksisanton (**13**) dari kulit dan kayu batang *G. thwaitesii* (Gunatilaka dkk., 1983)



Santon terprenilasi adalah senyawa santon yang salah satu atom hidrogennya tersubstitusi oleh gugus prenil ataupun terdapat dua prenil yang bergabung menjadi satu geranil yang dinamakan santon tergranilasi. Contoh dari santon yang mengalami terprenilasi adalah O-metilgarsinone E (**14**) yang berhasil diisolasi dari tumbuhan *Garcinia cowa* (Panthong dkk., 2006), Subelliptenone A (**15**) yang berhasil diisolasi dari *Garcinia subelliptica* (Iinuma dkk., 1993). Sedangkan untuk senyawa santon yang tersubstitusi dua gugus prenil atau tergranilasi adalah isocowanin (**16**) dari *Garcinia pyrifera* (Ampofo dkk., 1986).



Santon tersiklisasi adalah santon yang mengalami siklisasi secara oksidatif antar atom karbon dari gugus isoprenil dengan atom oksigen di posisi orto, sehingga membentuk siklik tambahan yaitu cincin piran atau furan. Untuk santon yang tersiklisasi telah dilaporkan terdapat 1,3,5-trihidroksi-6',6'-dimetilpirano (2',3': 6,7)-2-(3-metil-but-2-enil)-4-(1,1-dimetilprop2-enil)santon (**17**) berasal dari *G.opaca* (Swee dkk., 1992) dan Isorheedisanton (**18**) dari *Garcinia polyantha*. Senyawa santon yang mengandung kromen yang tereduksi salah satunya adalah BR-santon A (**19**) (Balasubramanian dan Rajagopalan, 1988).



2.3 Metode Pemisahan dan Pemurnian Senyawa

2.3.1 Ekstraksi

Ekstraksi merupakan metode pemisahan suatu campuran berdasarkan perbedaan kelarutan komponen zat terlarut dalam pelarut. Distribusi pemisahan tersebut mengikuti prinsip *like*

dissolve like yang berdasarkan pada perbedaan kepolaran yaitu , senyawa yang polar akan larut dalam pelarut polar dan senyawa yang non polar akan larut dalam pelarut non polar maka komponen atau senyawa yang diinginkan dapat dipisahkan dari campurannya secara selektif dalam pelarut yang digunakan. Secara teknik, ekstraksi dibedakan atas tiga cara, yaitu :

- Metode maserasi, yaitu suatu teknik ekstraksi dengan cara perendaman bahan yang sudah halus pada temperatur kamar dengan pelarut yang sesuai supaya zat-zat dapat larut secara sempurna.
- Metode perkolasi yaitu teknik ekstraksi dengan bahan yang sudah halus diekstraksi dalam pelarut yang sesuai dengan cara pelarut secara perlahan-lahan dialirkan ke dalam suatu kolom yang berisi sampel sehingga diperlukan pelarut yang lebih banyak. Pelarut yang digunakan tidak mudah menguap dan dapat melarutkan senyawa kimia yang akan diisolasi dengan baik.
- Metode sokletasi, yaitu teknik ekstraksi dengan menggunakan alat soklet. Pelarut pada labu alas bulat diuapkan dan mengalami kondensasi setelah sampai di kondensor, selanjutnya bersama ekstrak turun kembali ke dalam labu bundar (Pavia dkk.,1990).

Perkolator adalah alat yang digunakan untuk perkolasi, yang terdiri dari bejana dilengkapi kran untuk mengeluarkan pelarut pada bagian bawahnya. Proses ekstraksi dilakukan sampai seluruh senyawa metabolit habis terekstrak, pengamatan sederhana dilihat dari warna pelarut, bila pelarut sudah tidak berwarna biasanya metabolit sudah terekstrak.

Kemudian dilakukan uji menggunakan KLT atau spektrofotometer UV (Hismiatty dkk., 2011).

2.3.2 Kromatografi

Kromatografi adalah teknik pemisahan campuran didasarkan atas perbedaan distribusi dari komponen-komponen campuran tersebut diantara dua fase, yaitu fase diam yang berfungsi sebagai absorben dan fase gerak berupa pelarut yang berfungsi membawa senyawa yang kepolarannya sama. Pada percobaan ini menggunakan beberapa jenis kromatografi diantaranya kromatografi kolom, kromatografi lapis tipis, kromatografi cair vakum dan kromatografi kromatoron.

Kromatografi kolom adalah metode pemisahan yang dilakukan dengan cara pelarut sebagai fase gerak dialirkan melalui kolom. Aliran disebabkan oleh adanya gaya berat atau didorong dengan tekanan. Silika gel dimasukkan ke dalam kolom, eluen yang akan digunakan kemudian dimasukkan ke dalam kolom secara kontinyu sedikit dengan keadaan kolom yang mampat. Sampel dimasukkan dan dilarutkan dalam eluen sampai diperoleh kelarutan yang spesifik. Eluen yang polar akan lebih melarutkan zat terlarut yang polar. Jika suatu pelarut polar masuk ke dalam kolom kromatografi, maka akan mengisi tempat-tempat pada permukaan adsorben sehingga zat terlarut akan kurang teradsorb pada adsorben sehingga turun ke bagian bawah kolom. Diatur pula laju tetesan serta penambahan eluen. Tetesan yang keluar ditampung sebagai fraksi-fraksi (Ibnu dan Abdul, 2008).

Kromatografi lapis tipis (KLT) merupakan salah satu metode kromatografi yang pemisahannya didasarkan pada adsorpsi senyawa oleh permukaan lempeng tipis untuk analisa

kualitatif Pada kromatografi lapis tipis digunakan adsorben halus yang berada pada papan kaca, aluminium atau plastik. Lapisan tipis adsorben ini pada pemisahan berlaku sebagai fasa diam. Dalam KLT indikasi senyawa selesai terekstrak dan didapatkan senyawa murni ditandai dengan tidak adanya noda/spot atau hanya noda tunggal pada plat (Hostettmann dkk., 1995).

Kromatografi Cair Vakum (KCV) merupakan modifikasi kromatografi kolom. Aliran fasa gerak yang melewati kolom pada metode KCV ditingkatkan dengan cara menambahkan pompa vakum dari bawah atau dengan memberikan tekanan dari atas kolom sehingga pelarut terdorong menuju ke bawah. Metode ini lebih efektif digunakan jika kita memiliki massa sampel dalam jumlah besar dan waktu yang dibutuhkan dalam proses fraksianasi ini relatif cepat (Gandjar dan Rahman, 2008).

Kromatografi kromatoron merupakan metode pemisahan yang menggunakan gaya sentrifugal dengan laju alir dari fase gerak tersebut konstan. Saat fase gerak mulai bergerak mengelusi senyawa yang akan difraksinasi akan terbawa bersama dengan fase gerak tersebut menciptakan pola seperti pita – pita. Pita – pita tersebut merupakan komponen yang terpisah. Sehingga komponen yang terpisah tersebut bergerak terus hingga keluar tepi rotor bersamaan dengan fase gerak (Poole dkk., 2015)

2.3.3 Kristalisasi

Kristalisasi merupakan metode pemurnian senyawa dengan menggunakan prinsip kelarutan dan temperatur. Senyawa organik berbentuk padat pada suhu ruang biasanya dimurnikan dengan metode ini. Teknik umum yang digunakan

yaitu melalui pelarutan bahan dengan pelarut panas hingga larut sempurna dan didinginkan secara perlahan. Tujuan dari pelarutan tersebut adalah memisahkan pengotor yang terperangkap dalam kristal. Bahan yang dilarutkan harus memiliki kelarutan yang lebih kecil pada suhu rendah sehingga akan terpisah saat didinginkan. Namun, bila bahan larut dengan baik dalam kondisi dingin ataupun panas maka diperlukan sistem campuran dua pelarut yaitu yang pertama untuk melarutkan bahan dan yang kedua adalah untuk menjenuhkan pada kondisi dingin sehingga terbentuk kristal. Metode ini tidak dapat digunakan untuk pengotor yang memiliki jumlah yang cukup besar pada bahan (Furniss, 1989).

2.4 Uji Titik Leleh

Uji titik leleh digunakan untuk mengetahui kemurnian suatu senyawa. Senyawa dapat dikatakan murni apabila mempunyai *range* titik leleh tidak lebih dari 1°C. *Range* titik leleh ini merupakan jarak antara temperatur saat kristal mulai meleleh hingga meleleh sempurna. Jika *range* titik leleh suatu senyawa lebih dari 1°C maka senyawa tersebut belum murni atau masih ada pengotor yang lain (Furniss, 1989)

2.5 Tinjauan spektroskopi senyawa santon

Penentuan struktur santon yang baru menggunakan beberapa metode diantaranya :

Spektroskopi UV-vis merupakan analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (200-400 nm) dan sinar tampak (400-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer untuk menentukan gugus pengabsorpsi dalam suatu molekul. Pada umumnya, elucidasi struktur organik dengan spektroskopi UV menggunakan daerah

serapan antara 200-400 nm. Absorpsi cahaya tampak dan radiasi ultraviolet meningkatkan energi elektronik untuk transisi elektronik sebuah molekul. Molekul-molekul yang memerlukan lebih banyak energi untuk bertransisi, akan menyerap pada panjang gelombang yang lebih pendek, selanjutnya saat relaksasi pada tingkat energi semula akan memancarkan foton yang akan teramati oleh detektor. (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Spektroskopi Inframerah (IR) merupakan metode analisis struktur molekul untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan jenis ikatan suatu molekul. Prinsip kerja dari spektrometri IR adalah interaksi antara sinar radiasi elektromagnetik dengan materi mengakibatkan suatu molekul akan bervibrasi apabila sinar pada panjang gelombang IR terserap. Penyerapan energi untuk menaikkan energi vibrasi molekul. Frekuensi inframerah dinyatakan dalam satuan bilangan gelombang pada kisaran $4000 - 650 \text{ cm}^{-1}$ (Pavia dkk., 1990). Spektrometri IR pun dapat digunakan untuk melihat struktur sampel secara keseluruhan dengan cara membandingkan spektrum sampel dengan spektrum standar IR yang ada. Puncak serapan khas untuk tiap ikatan dalam molekul seperti C-H pada $3300\text{-}3500 \text{ cm}^{-1}$, C=C pada $1680\text{-}1620 \text{ cm}^{-1}$, C=O pada $1630\text{-}1850 \text{ cm}^{-1}$, O-H pada $3.650\text{-}3.200 \text{ cm}^{-1}$, dan N-H pada $3.500\text{-}3.300 \text{ cm}^{-1}$ (McMurry, 1999).

Spektroskopi resonansi magnetik inti (NMR) merupakan metode analisis struktur molekul menggunakan perputaran inti muatan yang menghasilkan medan magnetik. Inti suatu unsur tertentu yang mempunyai spin akan menghasilkan medan magnet. Metode ini memberikan gambaran mengenai jenis atom, jumlah, maupun lingkungan atom hidrogen (^1H NMR) maupun karbon (^{13}C NMR).

Spektroskopi NMR proton mengukur momen magnet atom hidrogennya. Sinyal spektrum yang diperoleh menunjukkan banyaknya proton di bagian-bagian molekul. Spektroskopi ^{13}C -NMR menunjukkan sejumlah karbon yang terdapat dalam molekul dengan semua pergeseran kimia. (Hart, 1983).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1. Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain botol vial, botol semprot, bejana pengembang (*chamber*), gelas beker, gelas erlenmeyer, gelas ukur, kaca arloji, labu bundar, pipet tetes, pipet volume, pengaduk kaca, oven, neraca analitik, seperangkat alat rotary evaporator, lampu ultra violet (UV) dengan λ 256 nm dan 366 nm, seperangkat alat kromatografi cair vakum (KCV), seperangkat alat kromatografi kolom, seperangkat alat ukur titik leleh (*micro-melting point apparatus Fisher John*), seperangkat alat spektrofotometer UV-vis 1700 Shimadzu, spektrometer FTIR-8400 Shimadzu, ^1H dan ^{13}C spektrometer NMR (JNM-ECA 600 MHz)

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 3,25 kg kulit batang kering *Garcinia tetrandra* Pierre yang diperoleh dari koleksi Taman Nasional Meru Betiri, Jember, Jawa Timur, berbagai macam pelarut seperti n-heksana, metilena klorida (CH_2Cl_2), etil asetat (EtOAc), metanol (MeOH), aseton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$), kromatografi lapis tipis alumunium silika gel Merck 60 F₂₅₄ : 0,25 mm dengan ukuran 20 x 20, silika gel 60 G, silika gel 60 (0,063-0,200), silika gel 60 PF₂₅₄ dan sephadex LH-20, penampak noda serium sulfat ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$), kapas, kertas saring whatman, alumunium foil, plastik wrap, reaksi geser untuk uji

UV antara lain NaOH, AlCl_3 dan HCl, KBr untuk uji IR dan pelarut CDCl_3 dan Aseton untuk uji NMR.

3.2. Prosedur penelitian

3.2.1. Uji Pendahuluan

Sampel kulit batang *Garcinia tetrandra* diambil sebanyak 2 gram, kemudian dimaserasi dengan pelarut n-heksana selama 1x24 jam. Dilakukan hal yang sama untuk pelarut etil asetat, metilena klorida dan metanol. Hasil preparasi sampel tersebut dimonitoring dengan KLT menggunakan eluen etil asetat : n-heksana 20%.

3.2.2. Pemisahan dan Pemurnian Senyawa

Sampel kulit batang *Garcinia tetrandra* yang didapatkan dari Taman Nasional Meru Betiri Jember, Jawa Timur dikeringkan kemudian dihaluskan maka diperoleh massa sampel 3,25 kg. Dilakukan ekstraksi dengan maserasi dengan melarutkan sampel tersebut kedalam metilena klorida pada suhu kamar 1x24 jam selama 3 hari berturut – turut. Ekstrak metilena klorida dipekatkan dengan seperangkat alat *rotary vacuum evaporator* dan dihasilkan 193,7 g ekstrak metilena klorida pekat yang berwarna coklat pekat. Ekstrak pekat tersebut diambil sebanyak 90,0 gram dibagi menjadi 3 masing – masing 30,0 gram dan dilarutkan dengan pelarut yang sama. Ekstrak cair tersebut diimpregnasi pada silika gel 60 (0,063-0,200) dengan perbandingan massa sampel : silika gel 60 adalah 1 : 2. Dilakukan pemisahan dengan metode kromatografi cair vakum (KCV) dengan silika kolom gel 60 G yang telah disiapkan sebelumnya dengan cara memadatkannya ke dalam kolom dan divakum. Lalu, dilakukan elusi dengan

menggunakan n-heksana 100% untuk memastikan tidak terdapat retakan. Setelah kolom siap, dimasukkan silika hasil impregnasi.

Dilakukan proses KCV yang pertama dengan elusi bagian A dengan pelarut 100% n-heksana dan dilanjutkan dengan bagian B dengan eluen yang sama dengan terlebih dahulu mengambil bagian A dari kolom. Dilakukan hal yang sama pada bagian C. Selanjutnya dilakukan elusi dengan pelarut yang lainnya yaitu metilena klorida : n-heksana yang ditingkatkan kepolarannya (10%, 25%, 60%), etil asetat : n-heksana (15%, 35%), etil asetat 100% dan metanol 100% dengan tahap seperti elusi dengan pelarut n-heksana 100%. Sehingga didapatkan fraksi A1-A45 untuk bagian A, fraksi B1-B45 untuk bagian B dan fraksi C1-C45 untuk bagian C. Pada fraksi C29, 30, 31, 32, 33 dan 34 terdapat endapan berwarna kuning. Setelah endapan tersebut dipisahkan dengan filtratnya dan diuji dengan KLT menghasilkan kromatogram noda tunggal. Sehingga, endapan tersebut disebut sebagai senyawa **1**. Fraksi - fraksi yang diperoleh dari proses KCV (tanpa endapan) dilakukan monitoring dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen etil asetat : n-heksana 20% dan dilakukan pengelompokan fraksi berdasarkan noda yang terdapat pada KLT dengan R_f yang sama lalu dievaporasi sehingga didapatkan 8 fraksi gabungan yaitu E1-E8.

Fraksi E5 dilakukan fraksinasi lebih lanjut dengan KCV menggunakan eluen n-heksan 100% , etil asetat : n-heksan (5%, 7%, 10%, 15%, 30%, 50 % dan 75%), etil asetat 100%, metilena klorida 100% dan metanol 100% sehingga didapatkan fraksi E5/1-E5/8. Fraksi E5/6 difraksinasi dengan kromatografi kolom sephadex menghasilkan E5/6/1-E5/6/4. Fraksi E5/6/4 difraksinasi dengan kromatografi kolom sephadex kembali

sehingga diperoleh empat fraksi yaitu fraksi E5/6/4/1-E5/6/4/4. Fraksi E5/6/4/4 difraksinasi kembali dengan kromatografi kolom gravitasi (KKG) dengan eluen etil asetat : n-heksana (5%, 8%, 11%, 20%, 35% dan 75%) dan metanol 100% menghasilkan senyawa **2**.

Dilakukan uji kemurnian dengan 3 eluen yang berbeda untuk senyawa **1**, **2** dan **3** serta uji titik leleh.

3.2.3. Penentuan Struktur Senyawa

Analisis spektrofotometri UV dilakukan dengan melarutkan ± 1 mg senyawa **1** ke dalam 10 ml metanol p.a dan memasukkannya di dalam kuvet sebagai sampel. Metanol p.a digunakan sebagai blanko. Absorbansi blanko dan sampel diukur pada panjang gelombang 200 – 600 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-vis 17000 Shimadzu. Sampel kemudian ditambahkan 3 tetes larutan NaOH 2N dan diukur absorbansinya. Lalu, dengan sampel yang sama pada kuvet yang berbeda ditambahkan 6 tetes larutan AlCl_3 dan diukur absorbansinya. Kemudian ditambahkan HCl dan diukur kembali absorbansinya.

Analisis spektrofotometri IR dilakukan dengan menggerus senyawa **1** dengan serbuk KBr di dalam cawan agat hingga homogen. Sampel dibentuk pelet dengan menggunakan alat pres. Sampel tersebut kemudian dianalisis dengan spektrofotometer FTIR-8400 Shimadzu pada bilangan gelombang 400 – 4000 cm^{-1} .

Analisis spektrfotometri NMR dilakukan dengan melarutkan ± 5 mg senyawa **1** dengan pelarut aseton dan senyawa **2** dengan kloroform bebas proton (CDCl_3). Larutan

sampel kemudian diinjeksikan kedalam tabung injeksi dan dianalisis menggunakan spektrometer NMR (JNM-ECA 400 MHz) untuk menentukan ^1H dan ^{13}C NMR serta NMR 2D yaitu HMBC dan HSQC.

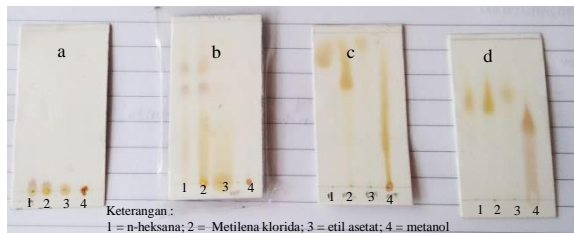
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit batang *Garcinia tetrandra* yang diperoleh dari Taman Nasional Meru Betiri, Jember - Jawa Timur. Sampel di ambil 2,0 g dan dimaserasi dengan empat eluen yang berbeda kepolarannya untuk mengetahui komponen yang terdapat dalam sampel serta mengetahui pelarut yang tepat untuk melarutkan senyawa - senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalamnya.



Gambar 4. 1 Kromatogram uji pendahuluan dengan eluen pelarut tunggal a. N-heksana, b. Metilena klorida, c. Etil asetat dan d. metanol

Berdasarkan hasil kromatogram di atas (Gambar 4.1) menunjukkan adanya fenolat. Hasil kromatogram tersebut juga menunjukkan bahwa metilen klorida dapat mengekstrak sampel dengan baik. Sehingga eluen metilena klorida dipilih untuk maserasi sampel.

4.2 Pemisahan dan Pemurnian Senyawa

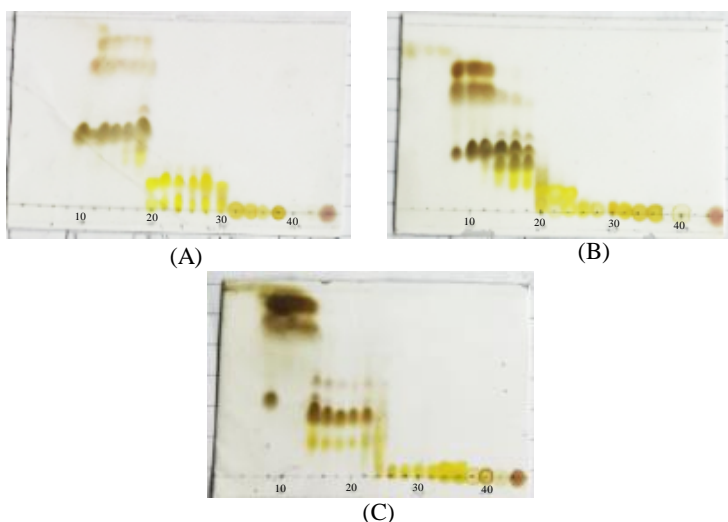
4.2.1 Ekstraksi senyawa

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini telah diidentifikasi oleh Balai Konservasi Tumbuhan Kebun Raya Purwodadi (Lampiran C) adalah *Garcinia Tetrandra* Pierre dengan nomer spesimen XVII.J.11.10-10a,19. Sampel kulit batang yang diperoleh dikeringkan dan diperhalus yang bertujuan untuk menghilangkan kadar air dan memperluas permukaan sehingga kontak dengan pelarut saat melakukan ekstraksi dapat maksimal. Setelah dilakukan preparasi sampel maka diketahui bahwa metilena klorida adalah pelarut yang sesuai untuk ekstraksi, sehingga 3,25 kg serbuk kering kulit batang *Garcinia tetrandra* direndam dengan metilena klorida selama 3x24 jam secara berturut – turut. Pada setiap periode maserasi, ekstrak ditampung dan dimonitoring KLT dengan eluen etil asetat : n-heksana 20%. Hasil monitoring KLT menentukan perlu tidaknya dilakukan pengulangan maserasi. Ekstrak hasil maserasi diuapkan pelarutnya menggunakan rotari evaporator, diperoleh berat ekstrak metilena klorida total hasil maserasi sebanyak 193,7 g (6,05%) dengan warna coklat pekat. Ekstrak pekat metilena klorida tersebut selanjutnya dilakukan proses fraksinasi dan pemurnian.

4.2.2 Pemisahan dan Pemurnian

Ekstrak pekat sebanyak 90,0 g dibagi menjadi tiga bagian masing – masing 30,0 g yang kemudian dilarutkan dan dilakukan impregnasi. Hasil impregnasi dilakukan pemisahan dengan KCV. Proses ini dipilih karena pemisahannya menggunakan vakum sehingga tidak membutuhkan waktu

lama. Eluen yang digunakan untuk KCV ekstrak pekat metilena klorida adalah n-heksana 100 %, metilena klorida : n-heksana yang ditingkatkan kepolarannya (10%, 25%, 60%), etil asetat : n-heksana (15%, 35%), etil asetat 100% dan metanol 100%. Sehingga diperoleh fraksi A1-A45 untuk bagian A, fraksi B1-B45 untuk bagian B dan fraksi C1-C45 untuk bagian C. Fraksi - fraksi yang diperoleh dipantau dengan KLT menggunakan eluen etil asetat : n-heksana 20% seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Monitoring dengan KLT ini berguna untuk mengetahui distribusi senyawa pada setiap vial yang dapat dilihat dari Rf noda KLT.



Gambar 4. 2 Hasil Kromatogram KCV (A) Fraksi A1-A45; (B) Fraksi B1-B45 dan (C) Fraksi C1-C45

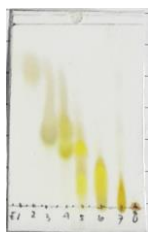
Pada fraksi C29, C30, C31, C32, C33 dan C34 terbentuk endapan berwarna kuning. Setelah dipisahkan dengan filtratnya dengan penyaringan, endapan dari fraksi

tersebut diuji dengan KLT menghasilkan kromatogram dengan noda tunggal (Gambar 4.3) yang menunjukkan endapan tersebut telah murni. Endapan dari fraksi C29 - 34 tersebut diperoleh sebanyak 334,0 mg yang selanjutnya disebut sebagai senyawa **1**.



Gambar 4. 3 Hasil kromatogram endapan fraksi C29-34 dengan eluen etil asetat : n-heksana 40%

Dari hasil kromatogram tersebut fraksi – fraksi (tanpa endapan) dengan noda yang memiliki Rf yang sama digabungkan dan dievaporasi sehingga diperoleh delapan fraksi gabungan yaitu fraksi E1 - E8 seperti yang terlihat pada Gambar 4.4. Berdasarkan hasil kromatogram tersebut, fraksi E5 berpontesi untuk difraksinasi lebih lanjut.



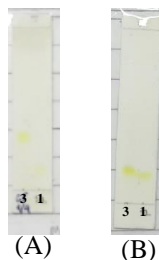
Gambar 4. 4 Hasil kromatogram fraksi gabungan dari KCV pertama dengan eluen etil asetat : n-heksana 20%

Fraksi E5 dilakukan fraksinasi lebih lanjut dengan KCV menggunakan eluen n-heksan (100%) , etil asetat : n-heksan (5%, 7%, 10%, 15%, 30%, 50% dan 75%), etil asetat (100%), metilena klorida (100%) dan metanol (100%) sehingga didapatkan fraksi E5/1-E5/8 yang dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4. 5 Hasil kromatogram fraksi gabungan E5/1 – E5/8 dengan eluen etil asetat : n-heksana (15%)

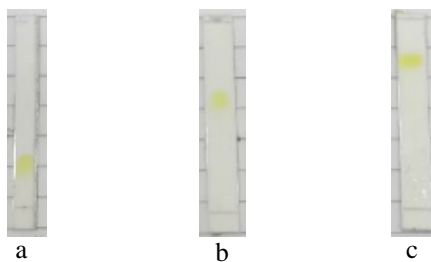
Fraksi E5/6 difraksinasi dengan kromatografi kolom sephadex menghasilkan E5/6/1-E5/6/4. Fraksi E5/6/4 (4,55 g) difraksinasi dengan kromatografi kolom sephadex kembali sehingga diperoleh empat fraksi yaitu fraksi E5/6/4/1 – E5/6/4/4. Fraksi E5/6/4/4 (3,85 g) difraksinasi kembali dengan kromatografi kolom gravitasi (KKG) dengan eluen etil asetat : n-heksana (5%, 8%, 15%, 20%, 35%, dan 75%) dan MeOH 100%. Didapatkan endapan pada vial no 44, endapan tersebut dipisahkan dengan filtrat dan dibandingkan dengan senyawa **1** menggunakan beberapa eluen yang berbeda seperti pada Gambar 4.6. Dari hasil kromatogram tersebut didapatkan bahnnya senyawa **2** berbeda dengan senyawa **1**. Maka, endapan yang didapat dicuci dengan n-heksana dan dilakukan rekristalisasi dengan eluen aseton : n-heksana (1:1) dan didapatkan senyawa **2** (16,1 mg).



Gambar 4. 6 Hasil kromatogram perbandingan senyawa **1** dengan **2** (A) eluen metilena klorida 100% dan (B) eluen etil asetat : n-heksana 15%

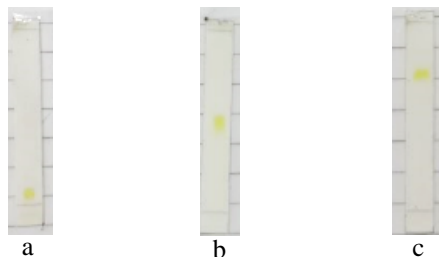
4.2.3. Uji Kemurnian Senyawa

Senyawa **1** yang berbentuk padatan kristal berwarna kuning dilakukan uji kemurnian menggunakan KLT dengan tiga eluen berbeda. Kemurnian suatu senyawa dapat terlihat dengan munculnya noda tunggal pada kromatogram dengan berbagai macam eluen seperti pada Gambar 4.7. Selain dengan KLT, uji kemurnian juga dilakukan dengan uji titik leleh. Dari uji ini didapatkan titik leleh untuk senyawa **1** adalah 202-203°C, dengan $\Delta T \pm 1^\circ$ yang menandakan senyawa **1** telah murni.



Gambar 4. 7 Uji tiga eluen senyawa **1** dengan eluen a. Etil asetat: n-heksan (20%), b. Etil asetat: metilena klorida (20%) dan c. Aseton : metilena klorida (10%)

Senyawa **2** yang berbentuk padatan serbuk berwarna kuning dilakukan uji kemurnian menggunakan KLT dengan tiga eluen berbeda seperti pada Gambar 4.8. Senyawa **2** memiliki titik leleh 177 – 178 °C.



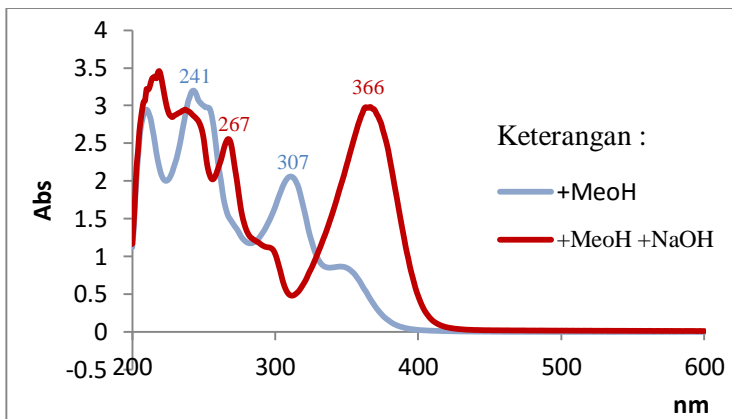
Gambar 4. 8 Uji tiga eluen senyawa **2** dengan eluen a. Metilena klorida: n-heksan (80%), b. Etil asetat: n-heksan (50%) dan c. Etil asetat : metilena klorida (50%)

4.2. Identifikasi Struktur

4.2.1. Identifikasi struktur senyawa **1**

Hasil spektrofotometri UV senyawa **1** dengan λ maks dalam MeOH diperoleh dua puncak serapan yaitu pada panjang gelombang (λ , nm) 241 dan 307. Puncak serapan pada daerah λ maks 241 nm menunjukkan adanya transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$. Ini merupakan kromofor yang khas untuk sistem ikatan rangkap terkonjugasi ($-C=C-C=C-$) dari suatu cincin aromatik dan 307 nm yang menunjukkan adanya transisi elektron $n \rightarrow \pi^*$, yang memperlihatkan adanya heteroatom yang berkonjugasi dengan ikatan rangkap ($-C=C-C=O$). Sehingga dapat disarankan bahwa senyawa **1** mengandung sistem aromatik yang tersubstitusi keton. Dilakukan pengujian dengan

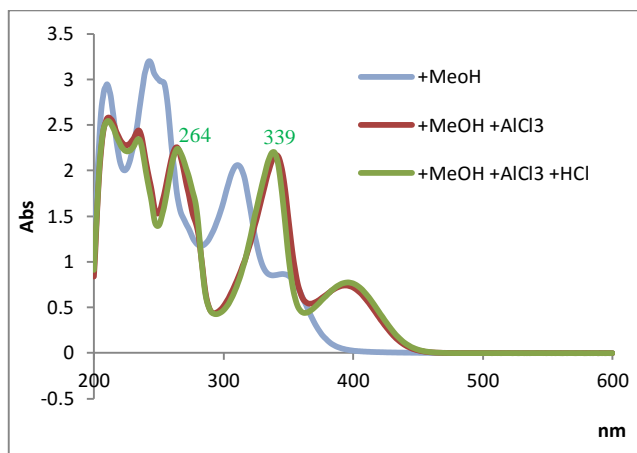
reagen geser UV untuk mengetahui apakah gugus hidroksi yang tersubstitusi terletak pada posisi orto ataupun para.



Gambar 4. 9 Spektrum UV senyawa **1** dalam pelarut MeOH dan setelah penambahan NaOH

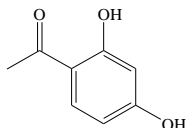
Ketika sampel ditambahkan reagen NaOH, terjadi pergeseran batokromik pada panjang gelombang 241 nm dan 307 nm menjadi 267 nm dan 366 nm seperti yang dilihat pada Gambar 4.9. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat gugus hidroksi yang tersubstitusi pada posisi para dikarenakan adanya keseimbangan keto-enol.

Penambahan reagen geser AlCl_3 yang terlihat pada Gambar 4.10 menunjukkan pergeseran batokromik pada puncak serapan dari λ_{maks} 307 ke 339 nm serta pada dari λ_{maks} 241 ke 262 nm. Pergeseran ini menunjukkan bahwa senyawa **1** tersubstitusi dengan hidroksi (-OH) terkhelat dengan karbonil ($\text{C}=\text{O}$). Saat penambahan reaksi geser HCl tidak terjadi pergeseran gelombang.



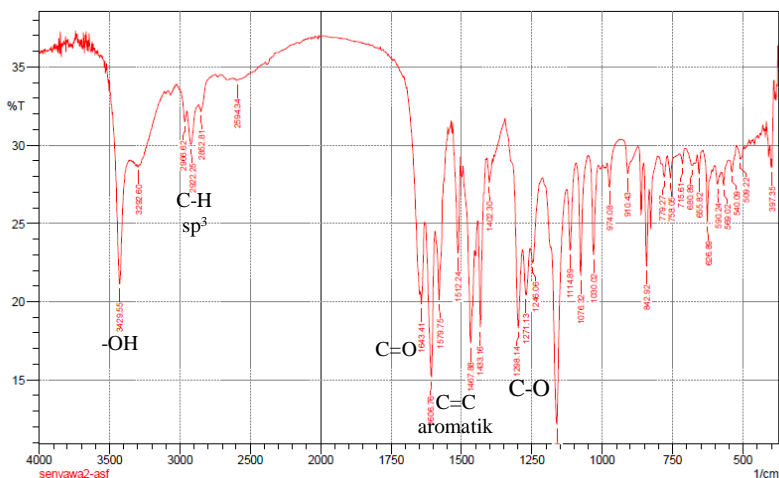
Gambar 4. 10 Spektrum UV senyawa **1** setelah ditambahkan reaksi geser AlCl_3 dan HCl

Sehingga dari hasil spektrofotometer UV tersebut, maka didapatkan hipotesa bahwa senyawa **1** mempunyai gugus hidroksi pada posisi para terhadap karbonil dan memiliki hidroksi khelat seperti pada Gambar 4.11.



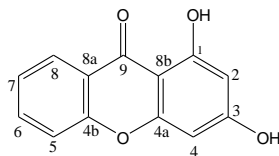
Gambar 4. 11 Hipotesa I untuk senyawa **1** berdasarkan data spektrum UV

Untuk memperkuat data spektrum UV yang telah didapat dilakukan identifikasi lebih lanjut dengan spektroskopi IR. Data spektrum FT-IR yang ditunjukkan pada Gambar 4.12 menunjukkan adanya pita serapan beberapa gugus fungsi.



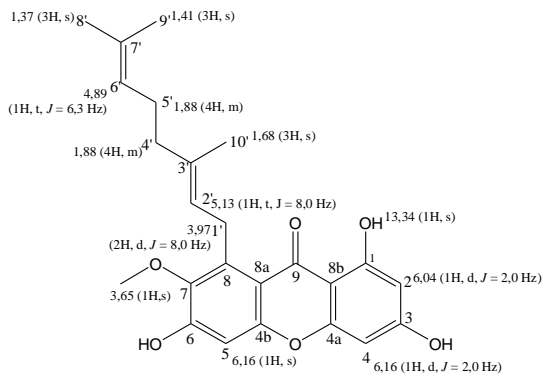
Gambar 4. 12 Spektrum IR senyawa 1

Adanya pita serapan pada bilangan gelombang (ν , cm^{-1}) 3429 cm^{-1} yang merupakan puncak khas untuk gugus hidroksi ($-\text{OH}$) bebas, pada 1643 cm^{-1} yang merupakan puncak khas untuk gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) yang terkhelat dengan gugus hidroksi dan pada 1298 cm^{-1} yang menunjukkan puncak khas untuk gugus ($\text{C}-\text{O}$). Selain itu juga muncul puncak-puncak lain, diantaranya pada 2966 cm^{-1} , 2922 cm^{-1} dan 2852 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus metil ($\text{C}-\text{H } \text{sp}^3$). Kemudian puncak pada 1606 , 1579 , 1512 dan 1467 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan rangkap dalam sistem aromatik. Sehingga dari hasil spektrofotometri IR dan UV tersebut bahwa hipotesa senyawa **1** terdapat kerangka santon yang tersubstitusi gugus hidroksi khelat dan gugus hidroksi yang berposisi para terhadap gugus hidroksi khelat seperti pada Gambar 4.13.



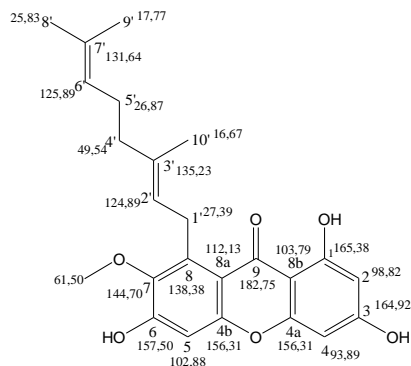
Gambar 4. 13 Hipotesa ke-II untuk senyawa **1** berdasarkan data analisis dari UV dan IR

Analisa senyawa **1** dilanjutkan dengan menggunakan spektrofotometri NMR untuk memperkuat hipotesa yang ada. Data spektrum $^1\text{H-NMR}$ pada Tabel 4.1 menunjukkan adanya sinyal singlet downfield dengan pergeseran kimia proton (δ_{H} , ppm), 13,34 (s, 1H) yang menandakan adanya gugus hidroksi khelat pada posisi C-1. Terdapat satu gugus metoksi yang ditunjukkan pada δ_{H} 3,65 (s, 3H), tiga proton aromatik pada δ_{H} 6,69 (s, 1H), 6,04 (d, $J=2,0$ Hz) dan 6,16 (d, $J=2,0$ Hz). Menurut Gamma dkk. (2014), pergeseran kimia proton metoksi tersubstitusi pada C-7, serta terdapat substituen satu geranil. Pada substituen geranil ditandai dengan adanya tiga proton singlet pada pergeseran proton kimia 1,37 (s, 3H), 1,41 (s, 3H) dan 1,68 (s, 3H) sebagai proton metilena, dua proton metin pada δ_{H} 5,13 (t, 1H, $J=8,0$ Hz) dan 4,89 (t, 1H, $J=6,3$ Hz) serta proton metilena pada δ_{H} 3,97 (d, 2H, $J=8,0$ Hz) dan 1,88 (m, 4H). Adapun aktualisasi spektrum $^1\text{H-NMR}$ terhadap senyawa **1** dapat dilihat pada gambar 4.14.



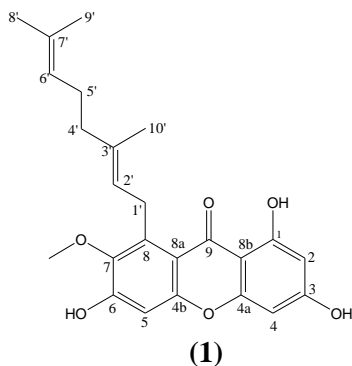
Gambar 4. 14 Aktualisasi spektrum ^1H -NMR senyawa **1**

Data spektrum ^{13}C -NMR pada Tabel 4.1 menunjukkan terdapat 24 karbon untuk senyawa **1**. Pergeseran kimia karbon (δ_c , ppm) 182,7 adalah khas untuk karbon karbonil yang tersubstitusi pada C-9. Pergeseran khas untuk gugus metoksi ditunjukkan dengan δ_c 61,5 sedangkan untuk gugus geranil ditunjukkan pada δ_c 25,8, 17,7 dan 16,6 sebagai tiga karbon metilena, δ_c 124,9 dan 125,2 sebagai dua karbon metin, δ_c 27,3, 40,5 dan 26,9 sebagai tiga karbon metilena serta pada δ_c 135,2 dan 131,6 sebagai dua karbon kuartener yang mempunyai kemiripan dengan senyawa rubrasanton (Gamal dkk., 2014). Dari 24 karbon di atas terbukti dengan adanya 13 C pada kerangka dasar santon, 1 C pada gugus metoksi dan 10 C untuk gugus geranil. Adapun aktualisasi spektrum ^{13}C -NMR terhadap senyawa **1** dapat dilihat pada gambar 4.15.



Gambar 4. 15 Aktualisasi spektrum ^{13}C -NMR senyawa **1**

Kemudian untuk mengetahui posisi gugus metoksi dan proton aromatik serta untuk menguatkan dugaan sementara struktur senyawa **1**, dilakukan perbandingan data ^{13}C NMR dan ^1H NMR dengan senyawa rubrasanton hasil penelitian Gamal, dkk (2014) yang dapat dilihat pada tabel 4.1.



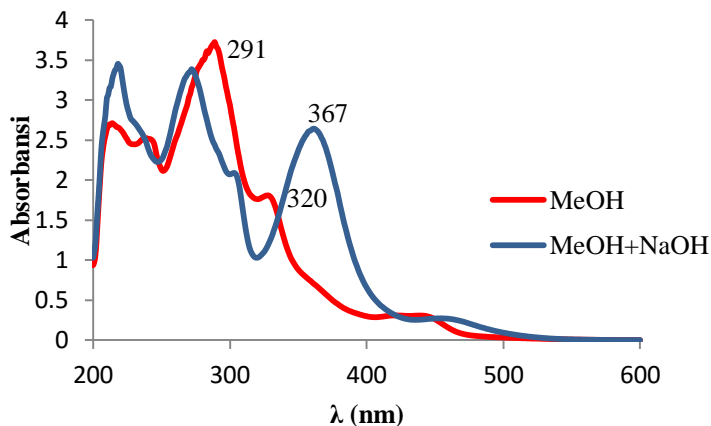
Tabel 4.1 Perbandingan data H-NMR dan C-NMR senyawa **1** dengan rubrasanton dalam pelarut aseton, 400 MHz.

Posisi C	Senyawa 1		Rubrasanton	
	¹³ C NMR	¹ H NMR	¹³ C NMR	¹ H NMR
1	165,38		165,4	
2	98,82	6.04 (d, 1H, $J = 2.0$ Hz)	98,8	6,19 (d, 1H, $J = 2$ Hz)
3	164,92	-	164,9	
4	93,89	6.16 (d, 1H, $J = 2.0$ Hz)	93,8	6,29 (d, 1H, $J=2$ Hz)
4a	156,31	-	156,3	-
5	102,88	6,69 (1H, s)	102,8	6,81 (1H,s)
4b	156,31	-	156,6	-
6	157,5	-	157,5	-
7	144,70	-	144,7	-
8	138,38	-	138,3	-
8a	112,13	-	112,0	-
9	182,75	-	182,7	-
8b	103,79	-	103,0	-
1'	27,39	3.97 (d, 2H, $J = 8.0$ Hz)	27,3	4,12 (d, 2H, $J = 7$ Hz)
2'	124,89	5,13 (1H, t, $J = 8,0$ Hz)	124,8	5,29 (1H,t, $J = 7$ Hz)
3'	135,23	-	135,1	-
4'	40,54	1,88 (4H, m)	40,2	
5'	26,87	1,88 (4H, m)	26,8	
6'	125,89	4,89 (1H, t, $J = 6,3$ Hz)	125,2	5,05 (1H,m)
7'	131,64	-	131,5	-
8'	25,83	1.37 (3H,s).	25,8	1,57 (3H, s)
9'	17,77	1.41 (3H,s)	17,7	17,7
10'	16,67	1.68 (3H,s)	16,6	1,83 (3H,s)
7-OMe	61,50	3,65 (3H, s)	61,4	3,80 (3H,s)
1-OH		13.34 (1H, s)		13,38 (1H,s)

Berdasarkan uraian dan penjelasan data hasil UV, IR, ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR di atas dan dari hasil perbandingan senyawa **1** dengan rubrasanton yang pernah dilaporkan pada jurnal oleh Gamal dkk, (2014), sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa senyawa **1** merupakan rubrasanton.

4.2.2. Identifikasi struktur senyawa 2

Hasil spektrofotometri UV senyawa **2** diperoleh dua puncak serapan yaitu pada panjang gelombang (λ , nm) 277 dan 320.

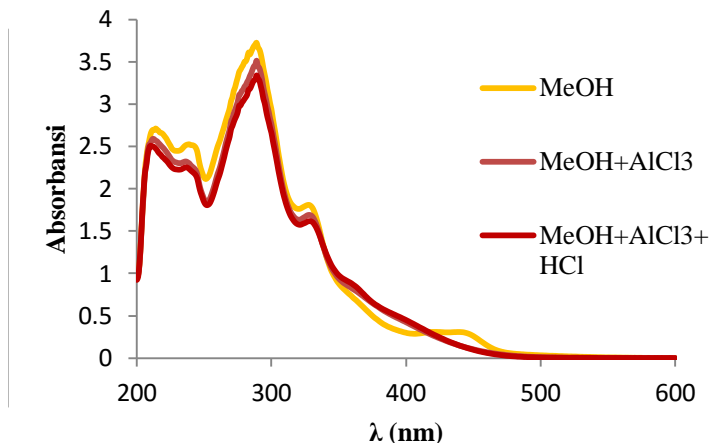


Gambar 4. 16 Spektrum UV senyawa **2** dengan pelarut metanol dan penambahan NaOH

Ketika sampel ditambahkan reagen NaOH, terjadi pergeseran pada panjang gelombang 320 nm menjadi 367 nm seperti yang dilihat pada Gambar 4.16 yang menandakan adanya gugus hidroksi yang tersubstitusi pada posisi para

terhadap karbonil yang mengakibatkan terjadinya keseimbangan keto-enol.

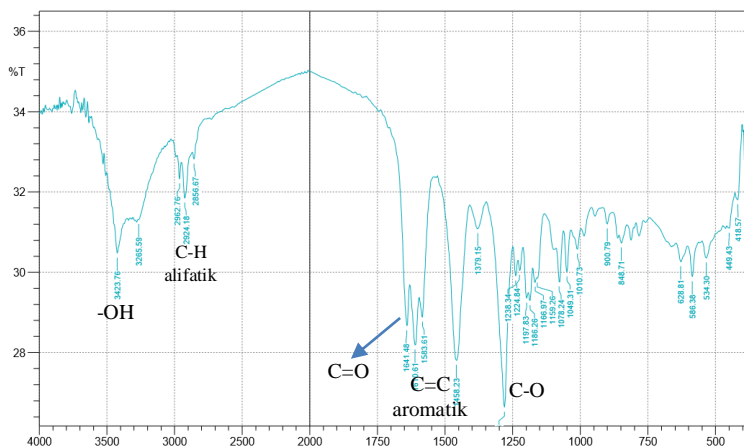
Penambahan reagen geser AlCl_3 dan HCl yang terlihat pada Gambar 4.17 menunjukkan tidak terjadi pergeseran.



Gambar 4. 17 Spektrum UV senyawa **2** dengan pelarut metanol dan penambahan reaksi geser AlCl_3 dan HCl

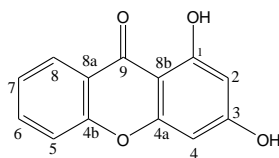
Sehingga dari hasil spektrofotometer UV tersebut, maka didapatkan hipotesa bahwa senyawa **2** mempunyai gugus hidroksi pada posisi para terhadap karbonil dan tidak memiliki hidroksi khelat ataupun hidroksi berposisi orto terhadap gugus hidroksi yang lain.

Untuk memperkuat data spektrum UV yang telah didapat dilakukan identifikasi lebih lanjut dengan spektroskopi IR. Data spektrum FT-IR yang ditunjukkan pada Gambar 4.18 menunjukkan adanya pita serapan beberapa gugus fungsi.



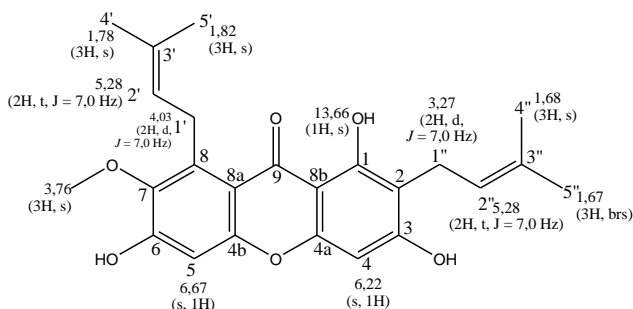
Gambar 4. 18 Spektrum IR senyawa 2 dengan pelarut KBr

Adanya pita serapan pada bilangan gelombang (ν , cm^{-1}) 2962, 2964 dan 2856 untuk ikatan C-H alifatik yang berasal dari gugus metoksi atau gugus prenil dari senyawa santon. Pada 1610, 1583 dan 1458 menunjukkan serapan yang khas untuk ikatan rangkap pada cincin aromatik dan ikatan C-O untuk eter atau hidroksi pada 1275. Pita serapan pada bilangan gelombang 1641 mengindikasikan adanya karbonil khelat dan didukung dengan adanya bilangan gelombang 3423 yang mengindikasikan gugus hidroksi terikat (Jung dkk., 2006). Pada spektrofotometri UV karbonil khelat tidak teridentifikasi saat dilakukan penambahan AlCl_3 dikarenakan khelat hidroksi yang terbentuk sangat stabil sehingga tidak dapat membentuk ion Al. Sehingga dari hasil spektrofotometri IR dan UV tersebut bahwa hipotesa senyawa **2** terdapat kerangka santon yang tersubstitusi gugus hidroksi yang tidak berposisi orto terhadap gugus hidroksi lainnya seperti pada Gambar 4.19.



Gambar 4. 19 Hipotesa I senyawa **2** dari hasil analisa spektrum UV dan IR

Analisa senyawa **2** dilanjutkan dengan menggunakan spektrofotometri NMR untuk memperkuat hipotesa yang ada. Data spektrum $^1\text{H-NMR}$ pada Tabel 4.2 menunjukkan adanya sinyal singlet downfield dengan pergeseran kimia proton (δ_{H} , ppm), 13,66 (s, 1H) yang menandakan adanya gugus hidroksi khelat pada posisi C-1. Terdapat satu gugus metoksi yang ditunjukkan pada δ_{H} 3,76 (s, 3H), dua proton aromatik pada δ_{H} 6,67 dan 6,22 (s, 1H), dua proton hidroksi bebas pada δ_{H} 6,91 dan 6,93. Setelah dilakukan perbandingan dengan senyawa α -mangostana terdapat beberapa pergeseran yang serupa lihat Tabel 4.2. Menurut Liandhajani, (2013) pergeseran kimia proton metoksi tersubstitusi pada C-7, serta terdapat substituen dua prenil. Dua substituen prenil ini ditandai dengan adanya pergeseran kimia proton pada 3,27 (d, 2H, $J = 7,0$ Hz) dan 4,03 (d, 2H, $J = 6,0$ Hz) untuk proton metilena dan δ_{H} 5,28 (t, 2H, $J = 7,0$ Hz) untuk dua proton metin sedangkan empat proton metil terdapat pada pergeseran 1,78 (s, 3H) , 1,82 (brs, 3H), 1,68 (s, 3H) dan 1,67 (s, 3H). Pola pergeseran kimia prenil tersebut memiliki kemiripan dengan pola pergeseran kimia dua prenil pada α -mangostin (Lihat Tabel 4.2) (Liandhajani, 2013). Sehingga, dari data spektrum $^1\text{H-NMR}$ tersebut dapat mengetahui jika terdapat substituen satu hidroksi khelat, satu metoksi, dua hidroksi bebas, satu prenil dan dua proton aromatik. Adapun aktualisasi spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa **2** dapat dilihat pada gambar 4.20.

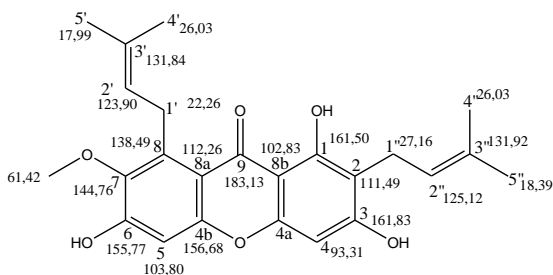


Gambar 4. 20 Aktualisasi spektrum ^1H -NMR senyawa **2**

Data perbandingan spektrum ^{13}C -NMR pada Tabel 4.2 menunjukkan terdapat 24 karbon untuk senyawa **2**. Pergeseran kimia karbon (δ_c , ppm) 183,13 adalah khas untuk karbon karbonil yang tersubstitusi pada C-9. Pergeseran khas untuk gugus metoksi ditunjukkan dengan δ_c 61,42. Pada dua gugus prenil ditunjukkan pada δ_c 26,03, 26,03, 18,39 dan 17,99 sebagai empat karbon metil, 27,16 dan 22,26 sebagai dua karbon metilena, 123,90 dan 125,12 sebagai dua karbon metin serta 131,84 dan 131,92 sebagai dua karbon kuantener yang mempunyai pergeseran kimia karbon yang sama dengan senyawa α -mangostin (Liandhajani, 2013). Dari 24 karbon di atas terbukti dengan adanya 13 C pada kerangka dasar santon, 1 C pada gugus metoksi dan 10 C untuk 2 gugus prenil. Aktualisasi spektrum ^{13}C -NMR untuk senyawa **2** dapat dilihat pada gambar 4.21.

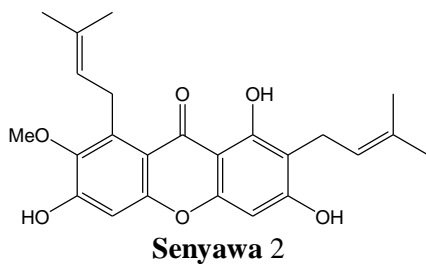
Tabel 4.2 Perbandingan data spektrum ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR dari senyawa **2** dengan α -mangostin dalam pelarut CD₃OD

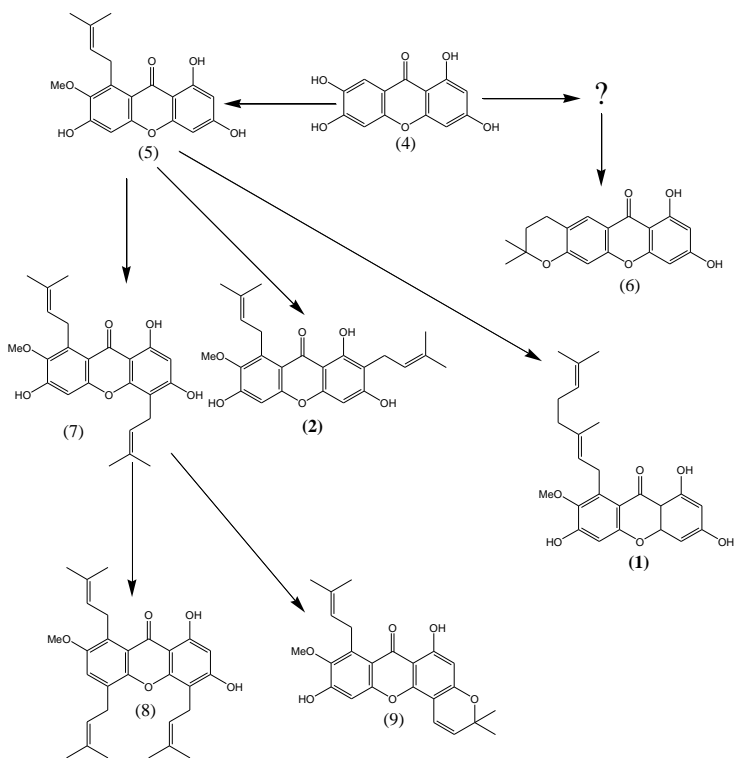
Posisi C	S2		α -mangostin	
	^{13}C -NMR	^1H -NMR	^{13}C -NMR	^1H -NMR
1	161,50		161,66	
2	111,49		111,50	
3	161,83		163,68	
4	93,31	6,22 (s) 1H	93,21	6,21 (s) 1H
4a	156,15		156,76	
4b	156,68		157,92	
5	103,80	6,67 (s) 1H	102,82	6,67 (s) 1H
6	157,77		156,24	
7	144,76		144,82	
8	138,49		138,54	
8a	112,26		112,29	
8b	102,83		103,82	
9	183,13		183,20	
1'	22,26	4,03 (d, 2H, $J = 7,0$ Hz)	22,31	4,08 (d, 2H, $J = 7,0$ Hz)
2'	123,90	5,28 (t, 2H, $J = 7,0$ Hz)	123,99	5,23 (t, 2H, $J = 7,0$ Hz)
3'	131,84		131,73	
4'	26,03	1,78 (s, 3H)	26,08	1,78 (s, 3H)
5'	17,99	1,82 (s, 3H)	18,02	1,82 (s, 3H)
1''	27,16	3,27 (d, 2H, $J = 7,0$ Hz)	27,21	3,31 (d, 2H, $J = 7,0$ Hz)
2''	125,12	5,28 (t, 3H, $J = 7,0$ Hz)	125,25	5,23 (t, 2H, $J = 7,0$ Hz)
3''	131,92		131,85	
4''	26,03	1,68 (s, 3H)	26,10	1,67 (s, 3H)
5''	18,39	1,67 (s, 3H)	18,43	1,65 (s, 3H)
7-OCH ₃	61,42	3,76 (s, 3H)	61,41	3,78 (s, 3H)
1-OH		13,66 (s, 1H)		13,69 (s, 1H)



Gambar 4. 21 Aktualisasi spektrum ^{13}C -NMR senyawa **2**

Berdasarkan data UV-Vis, IR, ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR bahwa senyawa **2** yang telah diisolasi dari ekstrak metilen klorida pada kayu dan kulit akar *G. tetrandra* adalah α -mangostin yang sebelumnya pernah ditemukan pada ekstrak n-heksan kulit batang (Astuti S. E., 2005) dan pada ekstrak diklorometana dari kulit akar *G. tetrandra* (Rizani, 2006).





Gambar 4. 22 Saran jalur biogenesis baru *Garcinia tetrandra*

Senyawa **1** dan **2** juga dapat diperoleh dari hasil isolasi kayu dan kulit akar *Garcinia tetrandra*. Setelah dilakukan pemetaan untuk senyawa – senyawa tersebut maka dapat dipetakan jalur biogenesis pembentukkan santon yang baru seperti pada Gambar 4.22. Dari hasil pemetaan dapat diketahui bahwa ketiga senyawa tersebut dapat melengkapi afinitas kimia dari *Garcinia tetrandra*. Namun, dari kedua senyawa yang telah didapatkan belum dapat melengkapi senyawa antara dari senyawa **4** dengan senyawa **6** dikarenakan senyawa – senyawa tersebut merupakan isomer dari senyawa **7** dan turunan dari senyawa **5**. Ini dapat dilihat pada hasil pemetaan senyawa tersebut (Gambar 4.28) bahwa senyawa **1** merupakan santon tergeranilasi pada C-8 yang merupakan turunan dari senyawa **5**. Untuk senyawa **2** yang mengalami terprenilasi pada C-2 dan C-8 merupakan isomer dari senyawa **7**. Dengan didaptkannya ketiga senyawa tersebut maka membuka peluang baru untuk didapatkan senyawa – senyawa santon lain untuk memperkaya afinitas kimia dari *Garcinia tetrandra* Pierre.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat dihasilkan dua senyawa yaitu rubrasanton (**1**) dan α -manggostin (**2**). Kedua senyawa tersebut diisolasi dari ekstrak metilena klorida kulit batang *Garcinia tetrandra* Pierre. Hasil ini dapat melengkapi peta biogenesis santon dari *Garcinia tetrandra* Pierre dan memperkaya afinitas kimia dari tumbuhan ini.

5.2. Saran

Dari kedua senyawa yang telah didapatkan maka dapat dipetakan saran jalur biogenesis pembentukan senyawa santon yang baru seperti pada Gambar 4.29, Pada gambar tersebut masih berpeluang ditemukannya senyawa – senyawa santon lain dari kulit batang *Garcinia tetrandra* Pierre ataupun pada bagian tumbuhan yang lainnya sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut,

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Afidah, E. 2012. "Santon Tergeranilasi dari Ekstrak Etil Asetat Kayu Akar *Garcinia tetranda* Pierre". Skripsi, ITS, Surabaya.
- Ampofo, S. A., dan Waterman, P.G. 1986. "Xanthones from Three *Garcinia* Species". *Phytochemistry*, 25(10), 2351-2355.
- Anistin. 2012. "Santon Tergeranilasi dan Terprenilasi dari Ekstrak n-Heksana Akar *Garcinia tetranda* Pierre". Skripsi, ITS, Surabaya.
- Astuti, S., E. 2005. "Dua Diprenilsanton pada Kulit Batang Wadung (*Garcinia tetrandra* Pierre)". Skripsi, ITS, Surabaya.
- Balasubramanian, K., dan Rajagopalan, K. 1988. "Novels xanthones from *Garcinia mangostana*, structures of BR-xanthone A and BR-xanthone-B". *Phytochemistry*, 27, 1552-1554.
- Bandaranayake, W. M., Selliah, S. S., dan Sultanbawa, M. 1975. "Biflavonoids and xanthones of *Garcinia terpnophylla* and *Garcinia echinocarpa*". *Phytochemistry*, 14, 1878-1880.
- Bennet, G. J., Lee, H., dan Lee, L. 1990. "Synthesis of Minor Xanthone from *Garcinia mangostana*". *Journal of Natural Product*, 55, 1463-1470.
- Burkill, I. H. 1966. Tree Flora of Malaysia, Manual for Foresters Vol. 1 (A-H). Kuala Lumpur : Ministry of Agriculture and Cooperatives, Malaysia
- Erawati, D. M. 2006. "Santon diprenilasi dan triprenilasi dari fraksi kloroform kulit batang *Garcinia tetranda* Pierre". Skripsi, ITS, Surabaya.

- Ersam, T. 2001. "Senyawa Kimia Mikromolekul Beberapa Tumbuhan *Artocarpus* Hutan Tropika Sumatra Barat". Disertasi, PPs. ITB, Bandung.
- Ersam, T., dan Mudjirahmini, D. 2006. "4-fenilkumarin pada fraksi polar ekstrak etil asetat dari batang *Garcinia balica*". Seminar Nasional Kimia VII, Surabaya.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., penerjemah : A.H. Pudjaatmaka. 1986. Kimia Organik, Jilid 1, Edisi Ketiga. Jakarta : Erlangga.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., penerjemah : A.H. Pudjaatmaka. 1986. Kimia Organik, Jilid 2, Edisi Ketiga. Jakarta : Erlangga.
- Gammal, A., Mohamed, Sabrin, R.M., Ibrahim, Mona. I. A., dan Samir A. 2014. "Mangosthanaxanthones I and II, new xanthones from the pericarp of *Garcinia mangostana*". *Fitoterapia*, 98, 215-221.
- Gandjar, I. G., dan Rahman, A. 2008. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Gunatilaka, A. A. L., Sriyani, H. T. B., Sotheeswaran, S., dan Waight, E. S. 1983. "2,5-dihidroxy-1,6-dimethoxyxanthone and biflavonoids of *Garcinia witesii*". *Phytochemistry*, 22, 233-235.
- Harbone, J.B., penerjemah : kokasih padmawinata dan Iwan Soediro. 1987. Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan. Bandung : ITB press.
- Hart, H. 1983. Organic Chemistry a Short Course, sixth edition. Boston : Houghton Mifflin Company.
- Heyne, K. 1987. Tumbuhan Berguna Indonesia. Jakarta : Yayasan Sarana Wana Jaya.

- Hismiatty, B., Swasmi, P., dan Endah, P. 2011. “Perbandingan metode maserasi, remaserasi, perkolasi, reperi kolasi dalam pembuatan ekstrak pegagan”. *Simnas Perhipba XV*. Laptiab Gdg. 611 Serpong : Pusat Teknologi Farmasi dan Medika (BPPT).
- Hostettmann, K., Hostettmann, M., dan Marston, A. 1995. Cara Kromatografi Preparatif. Bandung : Penerbit ITB.
- Ibnu, G. G., dan Abdul, R. 2008. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Iinuma, M., Tosa H., Tanaka, T., Shimano, R., Asai, F., dan Yonemori, S. 1993. “Two Xanthoness from Root Bark of *Garcinia subelliptica*”. *Phytochemistry*, 35 , 1355-1360.
- Ito, C., Miyamoto, Y., dan Kawai, M., D. 1997. “A novel Depsidone and Some New Xanthoness from *Garcinia species*”, *Chem.Pharm.Bull*, 45 , 1403–1413.
- Jung, H. A., Su, B. N., Keller, W. J., Metha, R. G., dan Kingdom, A. D. 2006. “Antioxidant Xanthoness from pericarp of *Garcinia mangostana* (Mangosteen)”. *J Agric Food Chem*, 54(6), 2077-2082.
- Liandhajani, L., Immaculat, M., Sukrasno, & Hanafi, M. 2013. Sunscreen Activity of alpha mangostin from the pericarps of Garinia mangostana. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 70-73.
- Meilani, A. 2006. “Santon Terprenilasi dan Tersiklisasi Baru Fraksi Nonpolar dari Ekstrak n-heksana pada Kulit Akar *Garcinia tetrandra*”. Skripsi, ITS, Surabaya.
- McMurry, J. 1999. Organic chemistry 5th edition. USA : Brooks /Cole.

- Nguyen, L. D., Hau, T., Pham, H. D., dan Conolly, J. D. 2002. "Xanthoness from The Bark of *Garcinia merguensis*". *Phytochemistry*, 63, 467-470.
- Nilar., dan Harrison, L. J. 2002. "Xanthone from the Heartwood of *Garcinia mangostana*". *Phytochemistry*, 60, 541-548.
- Nor, F., Muhammad, Z., dan Ikram, M. S. 2012." Xanthoness from *Garcinia eugeniifolia* (Guttiferae)". *UMT 11 th International Annual Symposium on Sustainability Science and Management*.
- Pathong, K., Phongcharoen, W., Phongpaichit, S., dan Taylor, W. C. 2006. "Tetraoxygenated Xanthoness from the Fruit of *Garcinia cowa*". *Phytochemistry*, 67, 999-1004.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., dan Knitz, G. S. 1990. Introduction to Organic Laboratory Techniques a Conteporery Approach, 2nd edition. New York : Sainders Colleege Publishing.
- Peres, V., dan Nagem, T. J. 1997. "Trioxigenated Naturally Occuring Xanthoness". *Phytochemistry*, 44, 191–214.
- Peres, V., Nagem T. J., dan Oliveira, F. F. 2000. "Tetraoxygenated Naturally Occurring Xanthoness". *Phytochemistry*, 55, 683–710.
- Poole, C. F., dan Salwa, K. 1991. Chromatography Today. Amsterdam : Elsevier Science Publisher.
- Purwaningsih, Y., dan Ersam, T. 2007. "Senyawa Santon sebagai Antioksidan dari Kayu Batang *Garcinia tetrandia* Pierre". *Akta Kimindo*, 2, 103-108.
- Rizani, N., dan Ersam, T. 2006. "Dua Senyawa Santon Diprenilasi dari Ekstrak Diklorometana Kulit Akar

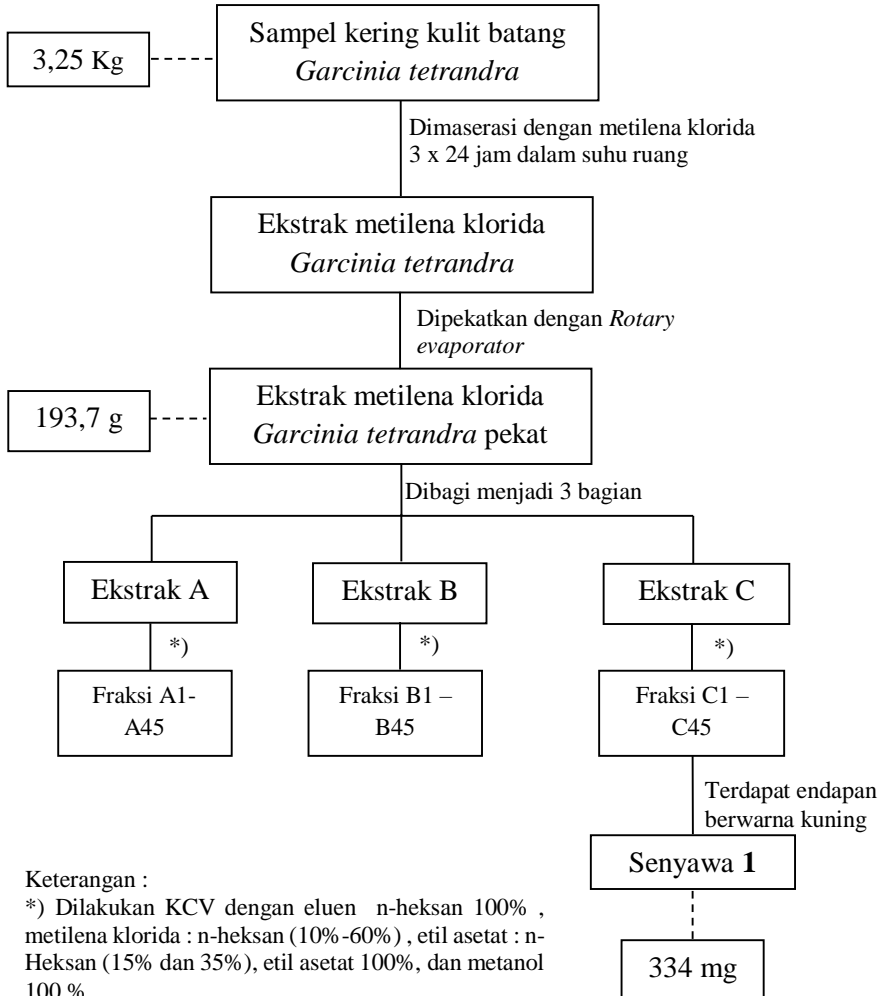
- Garcinia tetranda* Pierre”. Prosiding Seminal Nasional Kimia (UNESA), 4 Februari, 370-378.
- Riyanto, A. 2006. “Isolasi dan Uji Antibakterial Senyaea Santon dar Kayu Akar *Garcinia tetranda* Pierre”. Tesis, Program Studi Megister Kimia, ITS, Surabaya.
- Rukachaisirkul, V., Rtthiwigrom, T., Pinsa, A., Sawangechote, P., dan Taylor, W. C. 2003. “ Xantone From Stem Bark of *Garcinia ningrolineata*”. *Phytochemistry*, 64, 1149-1156.
- Sumaryono, W. 1999. “Produksi Metabolit Sekunder Tanamna Secara Bioteknologi”. Prosiding Seminar Nasional Kimia Bahan Alam 1999. Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta.
- Taman Nasional meru Betiri. 2002. “Laporan Identifikasi dan Infertarisasi Tanaman Obat di Taman Nasional Meru Betiri”. Departemen Kehutanan Direktorat Jendral Perlindungan Hutan dan Konservasi Alam Taman Nasional Meru Betiri, Jember.
- Trisnawati, U. 2012. “Isolasi Senyawa dari Ekstrak n-Heksan Kulit Batang *Garcinia tetranda* Pierre”. Skripsi, ITS, Surabaya.
- Swee, G. H., Ibrahim, J., Alexander, I. G., dan Peter, G. W. 1992. “Prenylated Xanthoness from *Garcinia opaca*”. *Phytochemistry*, 31, 1383-1386.
- Wahjuni, T. 2008. “Dua Santon Terprenilasi dan Uji Antioksidan pada Ekstrak n-heksan Kulit Batang *Garcina tetranda* Pierre”. Tesis, Program Studi Magister Kimia, ITS, Surabaya.
- Wijayanto, B. 2006. “Isolasi Santon Terprenilasi dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit

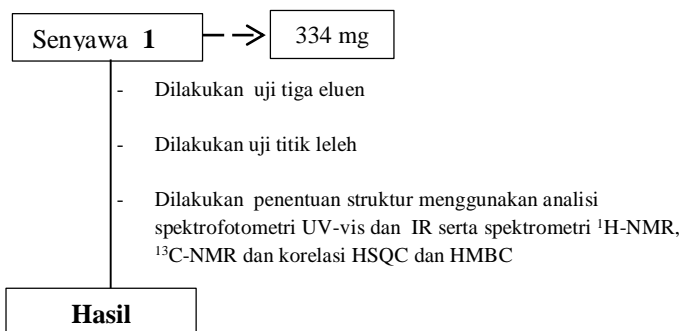
Batang Wadung (*Garcinia tetranda* Pierre)". Skripsi, Kimia, ITS, Surabaya.

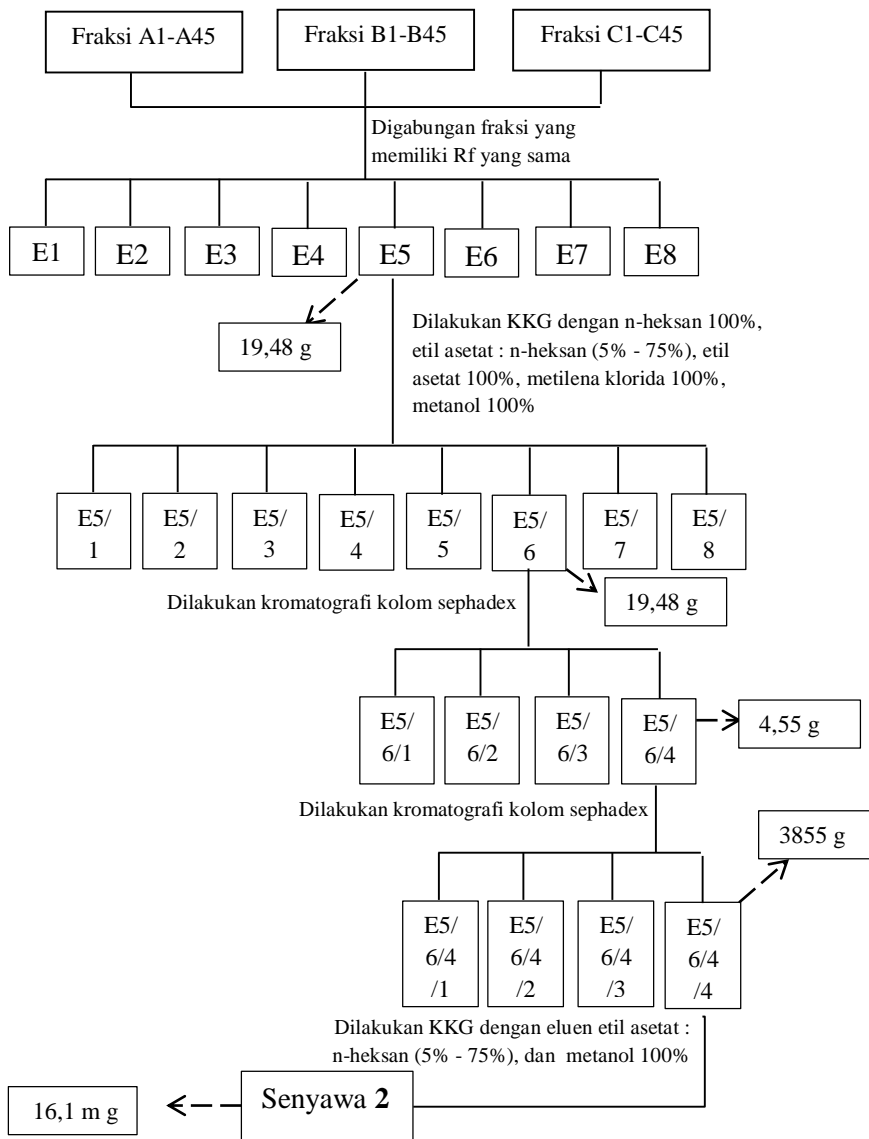
Yuli, S.E. 2005. " α -Mangostin dan 3-Isomangostin dari Fraksi Polar Diklorometan pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung (*Garcinia tetranda* Pierre)". Skripsi, ITS, Surabaya.

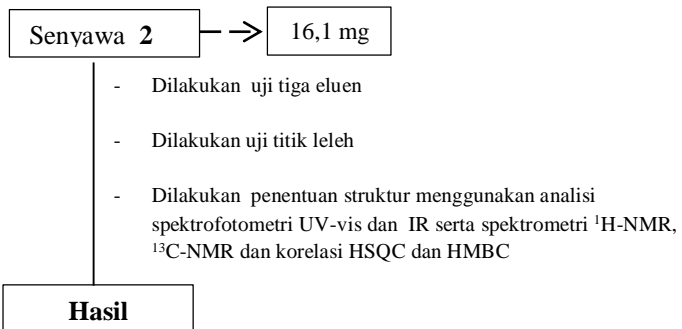
LAMPIRAN

A. Skema Kerja





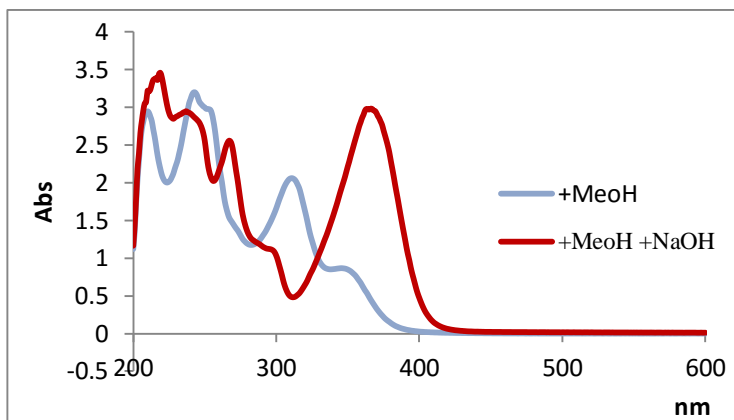




B. DATA PENENTUAN STRUKTUR SENYAWA

SENYAWA 1

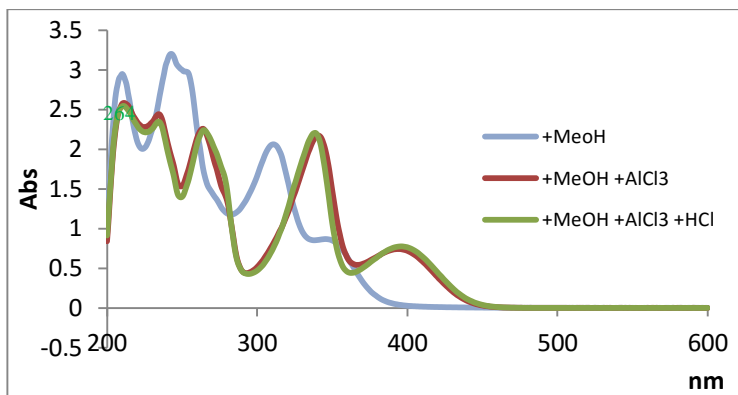
1. Spektrum UV senyawa **1** dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser NaOH



Puncak pada grafik di atas terletak pada (λ , nm) :

Pita	Senyawa 1 +MeOH	Senyawa 1 +MeOH +NaOH
1	243 nm	267 nm
2	311 nm	366 nm

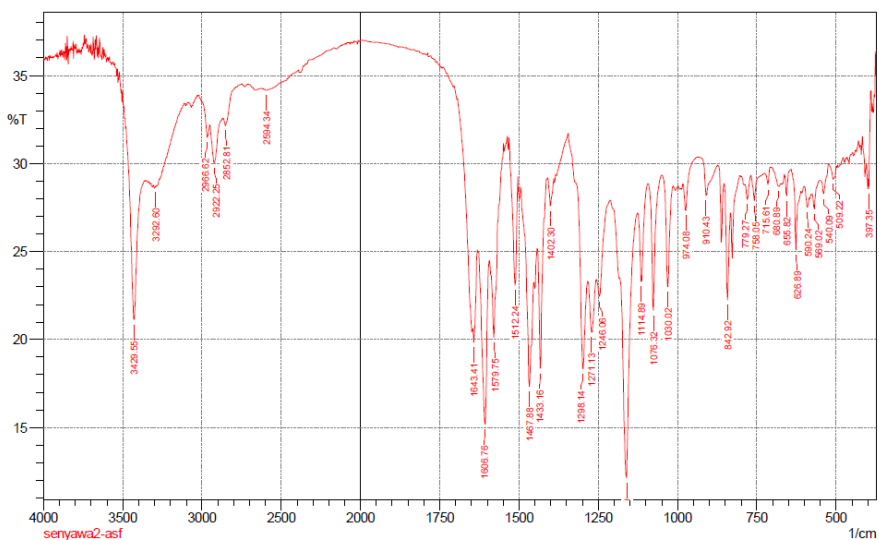
2. Spektrum UV senyawa **1** dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser AlCl_3 dan HCl



Puncak pada grafik di atas terletak pada (λ , nm) :

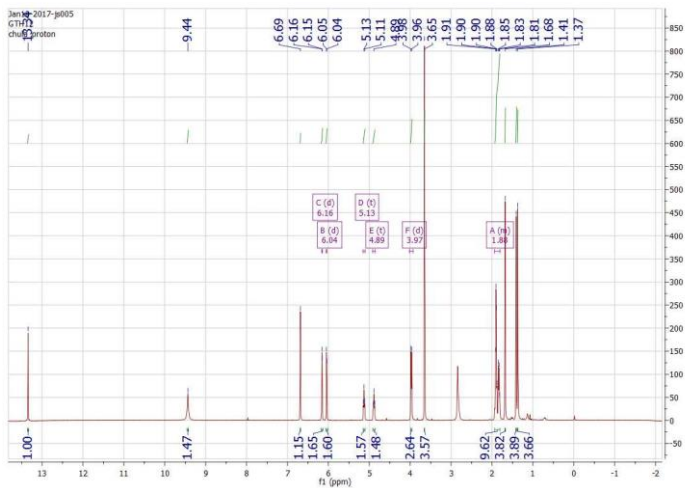
Pita	Senyawa 1 +MeOH	Senyawa 1 +MeOH +AlCl ₃	Senyawa 1 +MeOH +AlCl ₃ + HCl
1	243 nm	264 nm	264 nm
2	311 nm	340 nm	339 nm

3. Spektrum IR senyawa 1

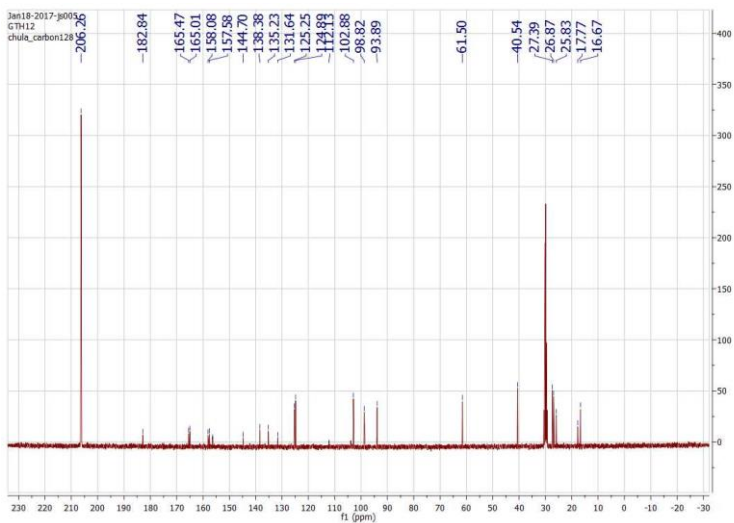


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	28.574	1.57	399.28	389.63	4.863	0.032
2	509.22	29.118	0.798	524.66	499.58	13.28	0.143
3	540.09	28.274	1.142	549.73	524.66	13.494	0.207
4	569.02	27.396	1.085	574.81	553.59	11.623	0.107
5	590.24	27.505	0.803	599.88	584.45	8.537	0.098
6	626.89	25.084	3.979	642.32	611.45	17.103	0.537
7	655.82	28.152	1.354	663.53	642.32	11.363	0.127
8	680.89	28.696	0.348	705.97	675.11	16.484	0.046
9	715.61	28.786	0.845	725.26	705.97	10.268	0.078
10	758.05	27.891	1.38	769.62	746.48	12.532	0.182
11	779.37	27.972	1.061	786.98	769.62	9.449	0.132
12	842.92	22.25	5.711	854.49	833.28	12.549	0.827
13	910.43	28.203	2.006	925.86	873.78	27.751	0.609
14	974.08	27.342	1.823	983.73	935.51	25.671	0.186
15	1030.02	22.994	6.011	1049.31	1014.59	19.808	1.161
16	1076.32	21.643	7.401	1093.67	1049.31	25.263	1.476
17	1114.89	23.284	4.496	1126.47	1093.67	19.019	0.896
18	1161.19	12.145	15.303	1211.34	1128.39	54.658	8.176
19	1246.06	22.45	1.981	1255.7	1213.27	25.364	0.223
20	1271.13	20.419	2.945	1282.71	1255.7	17.805	0.756
21	1298.14	18.294	6.876	1344.43	1284.63	35.451	1.727
22	1402.3	27.585	1.601	1410.01	1390.72	10.547	0.229
23	1433.16	18.352	7.794	1440.87	1410.01	18.853	1.434
24	1467.88	17.319	7.681	1492.95	1454.38	25.151	2.262
25	1512.24	23.084	6.83	1531.53	1504.53	15.47	1.493
26	1579.75	20.1	6.442	1593.25	1548.89	26.471	1.796
27	1606.76	15.17	9.425	1626.05	1595.18	21.865	3.085
28	1643.41	19.822	1.473	1645.33	1631.83	8.857	0.269
29	2594.34	34.164	0.008	2596.27	2565.41	14.376	0
30	2852.81	32.166	0.704	2866.32	2787.23	37.781	0.167
31	2922.25	30.05	2.262	2951.19	2879.82	36.059	1.064
32	2966.62	31.486	1.138	3003.27	2951.19	25.391	0.246
33	3292.6	28.67	0.03	3294.53	3288.74	3.136	0

4. Spektrum ^1H -NMR senyawa 1

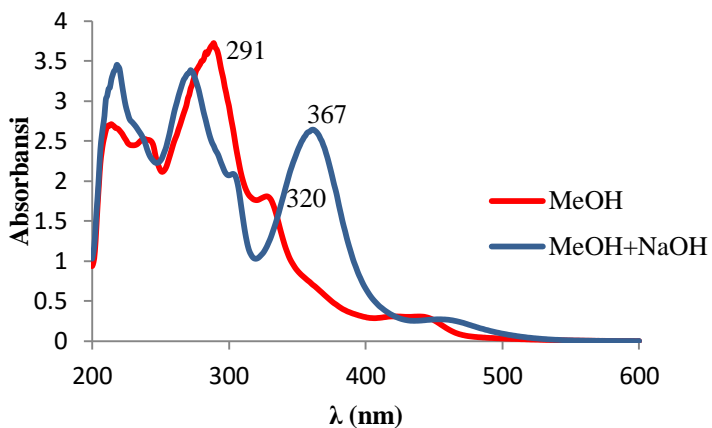


5. Spektrum ^{13}C -NMR senyawa 1



SENYAWA 2

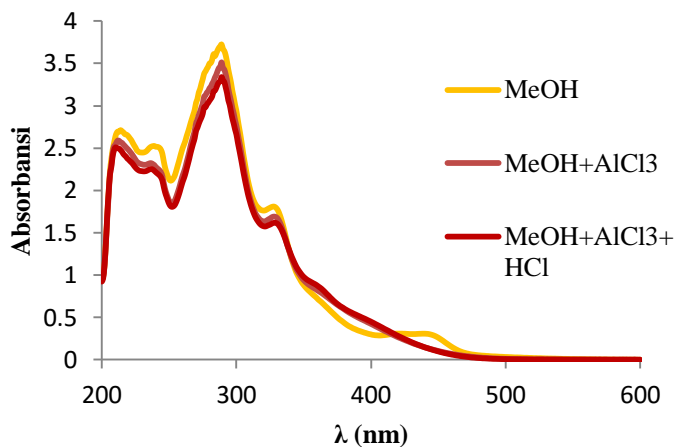
1. Spektrum UV senyawa **2** dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser NaOH



Puncak pada grafik di atas terletak pada (λ , nm) :

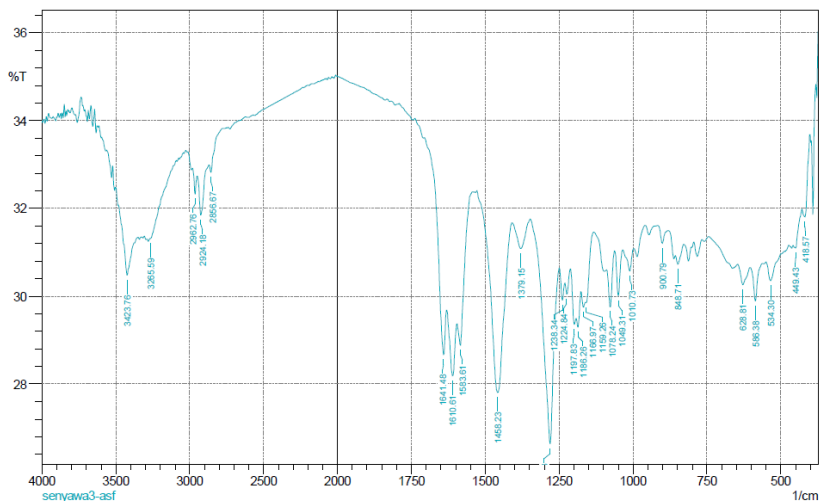
Pita	Senyawa 2 +MeOH	Senyawa 2 +MeOH +NaOH
1	291 nm	-
2	320 nm	370 nm

2. Spektrum UV senyawa **2** dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser AlCl_3 dan HCl



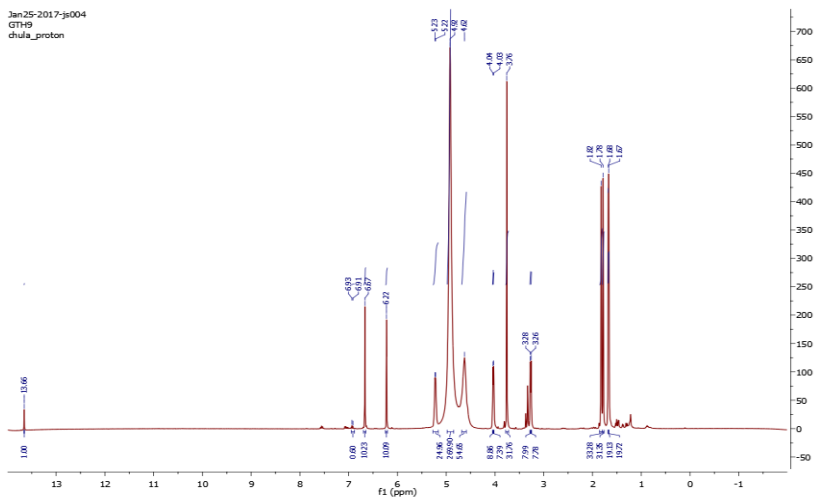
Pita	Senyawa 2 +MeOH	Senyawa 2 +MeOH + AlCl_3	Senyawa 2 +MeOH + AlCl_3 + HCl
1	291 nm	291 nm	291 nm
2	320 nm	320 nm	320 nm

3. Spektrum IR senyawa 2

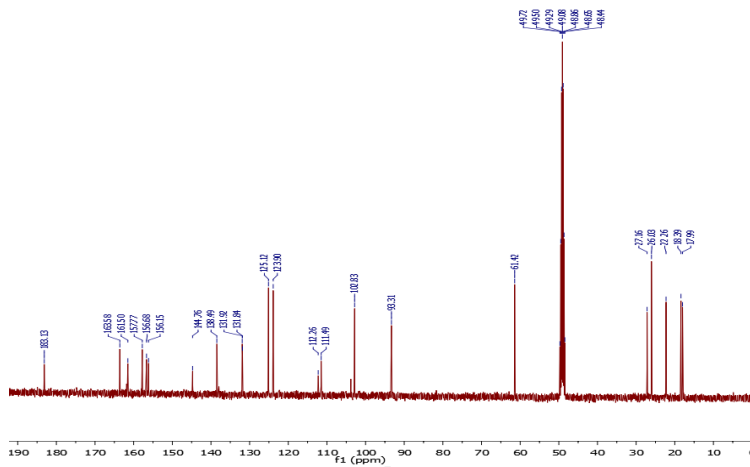


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	31.807	0.829	428.21	403.14	12.303	0.17
2	449.43	31.097	0.084	451.36	428.21	11.591	-0.008
3	534.3	30.357	0.482	549.73	488.01	31.64	0.159
4	586.38	29.886	0.811	603.74	563.23	20.936	0.165
5	628.81	30.265	0.428	646.17	605.67	20.907	0.125
6	848.71	30.733	0.262	856.42	829.42	13.772	0.055
7	900.79	31.204	0.353	918.15	881.5	18.422	0.063
8	1010.73	30.573	0.502	1033.88	997.23	18.719	0.115
9	1049.31	30.008	1.027	1060.88	1035.81	12.916	0.175
10	1078.24	29.758	1.03	1089.82	1062.81	13.988	0.189
11	1159.26	29.858	0.12	1161.19	1134.18	13.844	0.03
12	1166.97	29.751	0.209	1174.69	1161.19	7.093	0.025
13	1186.26	29.29	0.437	1192.05	1176.62	8.158	0.053
14	1197.83	29.353	0.387	1211.34	1193.98	9.136	0.057
15	1224.84	30.051	0.355	1230.63	1213.27	9.009	0.05
16	1238.34	29.904	0.495	1247.99	1232.55	8.039	0.063
17	1280.78	26.638	4.362	1346.36	1249.91	51.163	2.354
18	1379.15	31.082	0.63	1408.08	1348.29	30.082	0.259
19	1458.23	27.808	4.162	1527.67	1410.01	61.124	2.943
20	1583.61	28.88	1.158	1595.18	1543.1	26.693	0.234
21	1610.61	28.192	1.301	1629.9	1597.11	17.713	0.334
22	1641.48	28.667	1.531	1705.13	1631.83	36.765	0.356
23	2856.67	32.817	0.274	2868.24	2773.73	44.962	-0.048
24	2924.18	31.851	0.964	2949.26	2868.24	39.546	0.393
25	2962.76	32.33	0.481	2982.05	2949.26	15.947	0.083
26	3265.59	31.312	0.048	3269.45	3109.35	78.848	-0.077
27	3423.76	30.474	1.13	3483.56	3375.54	54.731	0.759

4. Spektrum ^1H -NMR senyawa 2



5. Spektrum ^{13}C -NMR senyawa 2



C. Surat Indentifikasi Sampel



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
(INDONESIAN INSTITUTE OF SCIENCES)
UPT BALAI KONSERVASI TUMBUHAN
KEBUN RAYA PURWODADI

Jl. Raya Surabaya - Malang Km. 65 Purwodadi - Pasuruan 67163
Telp. (+62 343) 615033, Faks. (+62 341) 4266046
website : <http://www.krpurwodadi.lipi.go.id>



SURAT KETERANGAN IDENTIFIKASI

No. 0253 /IPH.6/HM/II/2017

Kepala UPT Balai Konservasi Tumbuhan Kebun Raya Purwodadi dengan ini menerangkan
bahwa material tanaman yang dibawa oleh :

Astried Wahyu Wulandari, NRP : 1413 100 033

Mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh
Nopember, datang di UPT Balai Konservasi Tumbuhan Kebun Raya Purwodadi pada
tanggal 10 Februari 2017, berdasarkan hasil identifikasi/determinasi spesimen herbarium,
dan koleksi kebun serta menurut buku An Alphabetical List of Plant Species Cultivated in
The Purwodadi Botanic Garden, tahun 2013

nama ilmiahnya adalah :

Genus : *Garcinia*
Species : *Garcinia tetrandra* Pierre

Adapun menurut buku An Integrated System of Classification of Flowering plants, karangan
Arthur Cronquist tahun 1981, halaman XVI klasifikasinya adalah

sebagai berikut :
Divisio : *Magnoliophyta*
Class : *Magnoliopsida*
Subclass : *Dilleniidae*
Ordo : *Theales*
Family : *Clusiaceae*

Demikian surat keterangan ini dibuat untuk dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Purwodadi, 17 Februari 2017

An, Kepala

Kepala Seksi Eksplorasi dan Koleksi Tumbuhan



Deben Mudiana, S.Hut, M.Si

“Halaman ini sengaja dikosongk

Biodata Penulis



Penulis bernama Astried Wahyu Wulandari yang dilahirkan di Probolinggo pada tanggal 01 Juli 1995. Penulis merupakan anak dari Suparmi dan Triddi Hartono. Penulis pernah menempuh pendidikan di SDN Keputran I Surabaya, SMPN 12 Surabaya, dan SMAN 16 Surabaya. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) melalui jalur SNMPTN pada tahun 2013 dan terdaftar sebagai mahasiswa Kimia ITS dengan NRP 1413100033. Penulis pernah melakukan kerja praktik di PT Petrokimia Gresik. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff Departemen *Economy* Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2014/2015 dan staff Tim Kreatif GEMPA (*Great Event of FMIPA*) Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (BEM FMIPA) periode 2014/2015 serta Ketua Tim Kreatif GEMPA BEM FMIPA periode 2015/2016. Penulis menyelesaikan pendidikannya di Jurusan Kimia FMIPA ITS dengan mengambil tugas akhir yang berjudul “1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2,8-di(3-metil-2-butenil)-4-(3,7-dimetil-2,6-oktadienil)santon dan Rubrasanton dari Ekstrak Metilena Klorida KULIT BATANG *Garcinia tetrandra* Pierre” yang dibimbing oleh Prof. Dr. Taslim Ersam. Penulis dapat diajak berdiskusi mengenai tugas akhir maupun topik lainnya dan dapat dihubungi melalui email astriedw2gmail.com.